

# PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

## 308 045

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

**B21B 1/02** (2006.01)  
**B21B 1/20** (2006.01)  
**C22F 1/18** (2006.01)  
**C23C 14/34** (2006.01)

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

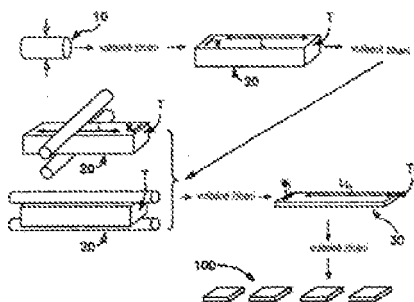
(21) Číslo přihlášky: **2008-543**  
(22) Přihlášeno: **06.03.2007**  
(30) Právo přednosti: **07.03.2006 US 2006 779735**  
(40) Zveřejněno: **25.03.2009**  
**(Věstník č. 12/2009)**  
(47) Uděleno: **09.10.2019**  
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **20.11.2019**  
**(Věstník č. 47/2019)**  
(86) PCT číslo: **PCT/US2007/005584**  
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 2007/103309**

(56) Relevantní dokumenty:  
US 2002026965; JP 2001040470; US 6238494; WO 2005064037.

(73) Majitel patentu:  
CABOT CORPORATION, Boston, MA, US  
(72) Původce:  
Craig M. Carpenter, PA 19508 Birdsboro, PA, US  
James D. Maguire, PA 19403 Jefferson, PA, US  
(74) Zástupce:  
Čermák Hořejš Matějka a spol., JUDr. Karel  
Čermák, advokát, Národní 32, 110 00 Praha 1

(54) Název vynálezu:  
**Způsob výroby kovového výrobku a kovová  
deska, vyrobená tímto způsobem**

(57) Anotace:  
Způsob výroby kovového výrobku s konečnou tloušťkou, obsahuje následující kroky: přetváření kovového ingotu pro vytvoření kvádrotité bramy s délkou, šířkou a tloušťkou, přičemž první z těchto tří rozměrů je roven druhému z těchto tří rozměrů  $\pm 25\%$ , první válcování kvádrotité bramy pro vytvoření polotovarové desky, přičemž toto první válcování zahrnuje značný počet válcovacích průchodů, a druhé válcování polotovarové desky pro vytvoření kovové desky, přičemž toto druhé válcování zahrnuje značný počet válcovacích průchodů, přičemž každý z těchto válcovacích průchodů druhého válcování poskytuje skutečné protažení pro tloušťku od 0,06 do 0,18 na jeden průchod. Vynález se rovněž týká kovové desky, vyrobené shora uvedeným způsobem.



CZ 308045 B6

**Způsob výroby kovového výrobku a kovová deska, vyrobená tímto způsobem**Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu výroby kovového výrobku.

Vynález se rovněž týká kovové desky, vyrobené tímto způsobem.

10 Vynález se zejména týká kovových ingotů, bram, desek, tyčí a rozprašovacích terčů a dalších kovových výrobků.

Konkrétněji se předložený vynález týká způsobu výroby kovu majícího s výhodou rovnoměrnou jemnou velikost zrna, homogenní mikrostrukturu, nepatrnou linku textury a/nebo nemajícího  
15 mramorovaný povrch, který je použitelný pro výrobu rozprašovacích terčů a dalších předmětů.

Dosavadní stav techniky

20 Pro zvýšení efektu rozprašování rozprašovacích terčů z ventilového kovu (viz např. Michaluk: "Correlating Discrete Orientation and Grain Size to the Sputter Deposition Properties of Tantalum", JEM, leden 2000; Michaluk, Smathers a Field: Twelfth International Conference on  
Textuře of Materials, J. A. Szpunar (ed.), National Research Council of Canada, 1999, str. 1357) jsou požadovány určité pozorovatelné vlastnosti rozprašovacích terčů a materiálů rozprašovacích  
25 terčů. Příklady takovýchto vlastností jsou jemná velikost zrna a homogenní mikrostruktura, která je v podstatě bez ostrých linek textury.

Obecně, velikost zrna, stejnoměrnost zrna a homogennost textury kovového materiálu a materiálu terče zvláště, jsou vlastnosti měřitelné metodami popsány například v patentu US 6462339 B1  
30 (Michaluk a jiní), a Wright aj.: "Scalar Measures of Texture Heterogeneity", MATERIAL SCIENCE FORUM, svazky 495–497 (září 2005) stránky 207–212, vše zde zahrnuto odkazem jako celek.

Existuje tedy trvalý zájem relevantních trhů vyvinout procesy pro výrobu kovových výrobků  
35 vysoké čistoty, jako jsou rozprašovací terče mající výše popsané metalurgické a texturní vlastnosti. Tradiční kovozpracující víceetapové postupy zahrnující kroky kování a/nebo válcování, kombinované s jedním nebo více mezikroky žíhání, jakož i jedním nebo více kroky  
začišťování, jsou typicky používány při průmyslové výrobě vhodných forem a jsou obecně  
40 popsány v C. Pokross: "Controlling the Texture of Tantalum Plate," JOURNAL OF METALS, říjen 1989, strany 46–49/ a J.B. Clark, R.K. Garrett, mladší, T.L. Jungling, R.I. Asfahani: "Influence of Transverse Rolling on the Microstructural and Textural Development in Pure Tantalum" METALLURGICAL TRANSACTIONS A, 23A, strany 2183-91 (1992), které jsou  
zde zahrnuty odkazem jako celek.

45 Příklad procesu víceetapového kování, začišťování, žíhání a válcování pro výrobu tantalového rozprašovacího terče, který má vynikající jemnou velikost zrna a homogenní texturu je popsán v patentu US 6348113 (Michaluk a jiní), který se zde zahrnuje odkazem jako celek.

Tantal se osvědčil jako primární difusní bariérový materiál pro měděná propojení používaná v  
50 moderních mikroelektronických zařízeních s integrovanými obvody. Během výrobního procesu takovýchto mikroelektronických zařízení se bariérové povlaky tantalu nebo nitridu tantalu nanášejí fyzikálním ukládáním z parní fáze (PVD), což je dobře zavedený způsob, při kterém se původní materiál, označovaný jako "sputtering target" (rozprašovací terč), eroduje vysoce energetickou plazmou.

55

Bombardování a vnikání iontů plazmy do prostorové mřížky rozprašovacího terče způsobí, že jsou z povrchu rozprašovacího terče emitovány atomy, které se potom ukládají na povrchu substrátu. Kvalita povlaků uložených rozprašováním je ovlivněna mnoha faktory, včetně chemie a metalurgické homogenity rozprašovacího terče.

5

Výzkumná úsilí se v nedávných letech soustředila na vývoj procesů ke zvýšení čistoty, zmenšení velikosti zrna a řízení textury materiálů tantalových rozprašovacích terčů. Například patent US 6348113 (Michaluk a jiní) a patentové přihlášky US 2002/0157736 (Michaluk) a US 2003/0019746 (Ford a jiní), které všechny jsou zde zahrnuty odkazem, popisují kovo zpracující procesy pro dosažení zvolených velikostí zrna a/nebo výhodných orientací zrna v tantalových materiálech nebo složkách tantalových rozprašovacích terčů prostřednictvím zvláštních kombinací operací přetváření a žíhání.

10

Metoda vhodná pro výrobu velkých dávek a objemných množství tantalových rozprašovacích terčů vysoké čistoty majících homogenní mikrostrukturu a texturu je popsána v patentu US 6348113 (Michaluk a jiní). Ačkoliv velkoobjemové výrobní procesy nabízejí významné cenové výhody ve srovnání s řadou procesů, často nemohou dosáhnout úzkých rozměrových tolerancí prostřednictvím standardizovaného a opakovatelného přetvářecího postupu. Mechanická přesnost tantalových ingotů vysoké čistoty a desek přetvářených těžkým válcováním je velmi proměnlivá kvůli jejich rozsáhlé nehomogenní zrnité struktuře. Aplikace předem definovaného pevného postupu redukčního válcování na těžké tantalové bramy vysoké čistoty může mít za následek odchylku v tloušťce desky s každým projitím redukcí a nakonec by vedlo k deskovým výrobkům majícím extrémní rozměrové odchylky. V důsledku tohoto chování, tradičním postupem pro válcování tantalové desky z těžké bramy je zmenšení válcovací mezery o jistou velikost závisící na šířce a rozměru desky, a přidání lehkého dokončovacího válcování pro docílení odchylek rozměru typicky asi  $\pm 10\%$  tloušťky terče.

15

20

25

Podle některých názorů v oboru válcování jsou velké redukce na jeden průchod nezbytné pro dosažení rovnoměrného rozdělení namáhání v celé tloušťce dílce, která je užitečná pro dosažení homogenního výsledku žíhání a jemné rovnoměrné mikrostruktury v obrobené desce. Velikost představuje prvořadý faktor, který brání velké redukci při válcování při zpracování tantalových desek velkého objemu na desku, protože velká redukce (např. skutečně přetvářecí redukce) může vyžadovat větší tlak, než s jakým může válcovací stolice pracovat. Tak je tomu zejména při počátku válcování, kdy je tloušťka bramy nebo desky největší.

30

35

Například, redukce bramy tloušťky 4 palce se skutečnou deformací 0,2 vyžaduje průchod redukcí 0,725 palce. Vysouvací síla, která by byla nezbytná pro tak velký tlak, by převyšovala možnosti konvenčních výrobních válcovacích stolic.

40

Naproti tomu, redukce bramy tloušťky 0,40 palce se skutečnou deformací 0,2 se rovná válcovací redukcí jen 0,073 palce, což je zcela v možnostech četných výrobních válcovacích stolic. Druhým faktorem, který ovlivňuje velikost válcovací redukce tantalu, je šířka bramy.

45

Pro danou válcovací mezeru na průchod, rozměr desky a válcovací stolici je při širších deskách výsledkem menší míra redukce na jeden válcovací průchod než při úzkých deskách.

50

Protože zpracování objemného tantalu nemůže spočívat výlučně ve velkých válcovacích redukcích pro ztenčení bramy na desku, není pravděpodobné, že by pnutí bylo stejnoměrně rozděleno přes tloušťku desky. V důsledku toho produkt nereaguje rovnoměrně na žíhání, jak nasvědčuje existence mikrostrukturních a texturních diskontinuit v tantalové desce, jak je popsáno v literatuře (např. Michaluk a jiní "Correlating Discrete Orientation and Grain Size to the Sputter Deposition Properties of Tantalum," JEM, leden 2002; Michaluk a jiní, "Tantalum 101: The Economics and Technology of Tantalum," Semiconductor Inter., červenec 2000, které se zde odkazem začleňují).

55

5 Metalurgická a texturní homogenita žíhané tantalové desky je zvýšena začleněním mezikroku žíhání do procesu, jak je popsáno v patentu US 6348113. Začlenění jednoho nebo více mezikroků žíhání v průběhu zpracování tantalové desky však také snižuje celkové pnutí, které je propůjčováno finálnímu produktu. To opět zmenšuje reakci desky na žíhání, čímž pak je omezena možnost dosáhnout jemné průměrné velikosti zrna tantalového produktu.

10 Existence nebo vznik mramorované struktury v tantalu je pokládán za škodlivý pro efekt a spolehlivost materiálu terčů a součástí pro rozprašování tantalu. Vynálezci teprve nyní zjistili, že v tantalu a dalších kovech je možno nalézt dva rozdílné typy mramorování: mramorování pozorované na rozprašovaném povrchu erodovaného tantalového cíle nebo součásti, a mramorování pozorované na původním povrchu tantalového cíle nebo součásti, jak byl vyroben. V erodovaném tantalovém rozprašovací terči je mramorování tvořeno směsí obnažených texturních linek (které se jeví jako světlé oblasti) na matném povrchu materiálu matrice (tvořeném mnohofasetovými zrny vytvářenými odprašováním).

15 Sklon k mramorování odprašovaného povrchu je minimalizován nebo eliminován v tantalových rozprašovacích terčích nebo součástech, které jsou zpracovány, aby měly homogenní texturu přes tloušťku tantalového terče, jak je popsáno v patentu US 6348113.

20 Analytická metoda pro kvantifikaci homogenity textury materiálů tantalových rozprašovacích terčů a součástí je popsána v patentu US 6462339 (Michaluk a jiní), který se zde odkazem začleňuje. Jiná analytická metoda pro kvantifikaci linkování je popsána v patentové přihlášce US 60/545617, podané 18. února 2004, která se zde odkazem začleňuje.

25 Mramorování povrchu, tak jak byl vyroben, může být na povrchu zpracovaných tantalových materiálů nebo rozprašovacích součástí rozrušeno pomocí rozprašování světlem (např. prosvěcováním) nebo chemickým leptáním v roztocích obsahujících kyselinu fluorovodíkovou, koncentrovanými alkylidy nebo dýmavou kyselinou sírovou a/nebo sírovou, nebo v jiných vhodných leptacích roztocích.

30 Ve vyžíhané tantalové desce se mramorování povrchu jeví jako velké, izolované skvrny a/nebo síť oblastí se změněnou barvou na povrchu, vyrobeném válcováním a leštěním kyselinou.

35 Mramorovaný povrch tantalu může být odstraněn odfrézováním nebo odleptáním asi 0,025 palce materiálu z povrchu; tento přístup k eliminaci povrchového mramorování je však ekonomicky nežádoucí.

40 Za povrchové mramorování mohou být pokládány oblasti, které mají průměrnou velikost zrna v oblastech a/nebo oblasti s různou primární texturou (např. (100) proti (111)) . Povrchové mramorování může být dále způsobeno odchylkami velikosti zrna, přičemž oblasti mohou mít odchylky průměrné velikosti zrna  $\pm 2$  ASTM nebo více, například  $\pm 2$  ASTM až  $+ 5$  ASTM, nebo  $\pm 2$  ASTM až  $\pm 4$  ASTM, nebo  $+ 2$  ASTM až  $\pm 3$  ASTM, při porovnání průměrné velikosti zrna v jedné oblasti s průměrnou velikostí zrna v jiné oblasti.

45 Existuje tudíž potřeba způsobu výroby materiálu rozprašovacího terče, majícího vynikající metalurgické a texturní vlastnosti, a snížení nákladů spojených s výrobou rozprašovacích terčů vykazujících takovéto vlastnosti.

50 Z tohoto důvodu je hlavním úkolem předloženého vynálezu poskytnout způsob výroby kovu majícího rovnoměrnou jemnou velikost zrna a/nebo texturní homogenitu, volitelně s rozměry dostatečnými k rozdělení na více bram nebo rozprašovacích terčů.

Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout způsob přetváření kovového ingotu.

Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout pro výrobu rozprašovacích terčů způsob výroby ve velkém měřítku.

5 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout ventilový kovový (nebo jiný kovový) materiál nebo rozprašovací součást, která je v podstatě bez povrchového mramorování.

10 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout způsob výroby velkých množství kovových materiálů nebo rozprašovacích součástí majících jemnou homogenní mikrostrukturu, majících průměrnou velikost zrna asi 150 mikrometrů nebo méně, nebo 75 mikrometrů nebo méně a/nebo rovnoměrnou texturu po celé tloušťce kovového materiálu nebo rozprašovací součásti.

15 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout způsob výroby velkých množství kovových materiálů nebo rozprašovacích složek majících odpovídající chemické, metalurgické a texturní vlastnosti v rámci výrobní série výrobku.

15 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout způsob výroby velkých množství kovových materiálů nebo rozprašovacích součástí majících konzistentní chemické, metalurgické a texturní vlastnosti mezi výrobními sériemi výrobku.

20 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout způsob výroby velkých množství kovových (např. tantalových) materiálů nebo rozprašovacích součástí majících konzistentní chemické, metalurgické a texturní vlastnosti v rámci výrobních sérií výrobku.

25 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout kovový (např. tantalový) materiál mající mikrostrukturní a texturní vlastnosti vhodné pro přetváření na součásti včetně rozprašovacích součástí a rozprašovacích terčů, jako například takových, jaké jsou popsány v publikované patentové přihlášce Ford, US 2003/0019746, která je zde začleněna odkazem jako celek.

30 Dalším úkolem předloženého vynálezu je poskytnout přetvářenou kovovou (např. tantalovou) součást včetně přetvářených rozprašovacích součástí a rozprašovacích terčů majících jemnou homogenní mikrostrukturu mající průměrnou velikost zrna asi 150 mikrometrů nebo menší, 75 mikrometrů nebo menší nebo 20 mikrometrů nebo menší a/nebo rovnoměrnou texturu po celé tloušťce přetvářené součásti, rozprašovací součásti nebo rozprašovacího terče, která si dostatečně zachovává metalurgické a texturní vlastnosti stejnorodého kovového materiálu bez nutnosti po  
35 přetváření součást žíhat.

40 Další znaky a výhody předloženého vynálezu jsou dílem uvedeny v popisu, který následuje, a dílem jsou z tohoto popisu zřejmé, nebo mohou vyplýnout z provádění předloženého vynálezu. Cíle a další výhody předloženého vynálezu jsou realizovány a dosaženy prostřednictvím prvků a kombinací konkrétně uvedených v popisu a přiložených nárocích.

#### Podstata vynálezu

45 Podle tohoto vynálezu byl tedy vyvinut způsob výroby kovového výrobku s konečnou tloušťkou, který obsahuje následující kroky:

přetváření kovového ingotu pro vytvoření kvádrotité bramy s délkou, šířkou a tloušťkou, přičemž první z těchto tří rozměrů je roven druhému z těchto tří rozměrů  $\pm 25\%$ ,

50

první válcování kvádrotité bramy pro vytvoření polotovarové desky, přičemž toto první válcování zahrnuje značný počet válcovacích průchodů, a

druhé válcování polotovarové desky pro vytvoření kovové desky, přičemž toto druhé válcování zahrnuje značný počet válcovacích průchodů, přičemž každý z těchto válcovacích průchodů druhého válcování poskytuje skutečné protažení pro tloušťku od 0,06 do 0,18 na jeden průchod.

5 První rozměr je s výhodou roven druhému rozměru  $\pm 15$  %.

První rozměr je u výhodného provedení roven druhému rozměru  $\pm 10$  %.

U výhodného provedení je první rozměr roven druhému rozměru  $\pm 1$  %.

10

První a druhý rozměr jsou s výhodou šířka a tloušťka.

Kovový ingot má s výhodou průměr nejméně alespoň 24,13 cm (9½ palce).

15

Kovový ingot má u výhodného provedení průměr nejméně alespoň 27,94 cm (11 palců).

U výhodnějšího provedení má kovový ingot průměr od 25,4 cm (10 palců) do 50,8 cm (20 palců).

20

Kvádrovitá brama má s výhodou tloušťku před prvním válcováním, která je nejméně 5krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

Kvádrovitá brama má s výhodou tloušťku před prvním válcováním, která je nejméně 10krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

25

Kvádrovitá brama má tloušťku před prvním válcováním, která je s výhodou nejméně 15krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

Kvádrovitá brama má tloušťku před prvním válcováním, která je s výhodou nejméně 20krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

30

Celkové skutečné protažení, které je poskytnuto prostřednictvím všech válcovacích průchodů druhého válcování, je s výhodou od 0,10 do 1,0.

35

Celkové skutečné protažení, které je poskytnuto prostřednictvím všech válcovacích průchodů druhého válcování, je s výhodou od 0,20 do 0,5.

První válcování obsahuje válcovací schéma, které je s výhodou definováno prostřednictvím změn v nastaveních šterbiny válcovací stolice.

40

Závěrečný válcovací průchod druhého válcování s výhodou poskytuje skutečné protažení, které je stejné nebo větší, než skutečné protažení, které je poskytnuto prostřednictvím jakéhokoliv předcházejícího válcovacího průchodu.

45

Kovový ingot je s výhodou niob, tantal nebo jejich slitina.

Kovový ingot je s výhodou měď nebo titan nebo jejich slitina.

50

Způsob podle tohoto vynálezu dále s výhodou obsahuje zušlechťování bramy před prvním válcováním.

Zušlechťování je s výhodou prováděno ve vakuu nebo v inertních podmínkách při teplotě od 700 °C až 1500 °C po dobu od 30 minut do 24 hodin.

55

Způsob podle tohoto vynálezu dále s výhodou obsahuje tvoření kvádrovité bramy se dvěma protilehlými válcovanými povrchy, jejichž rovinnost leží uvnitř rozsahu 0,0508 cm (0,02 palce).

Kvádrovitá brama má s výhodou tloušťku od 7,62 cm (3 palců) do 20,32 cm (8 palců), šířku od 7,62 cm (3 palců) do 20,32 cm (8 palců), a délku od 25,4 cm (10 palců) do 121,92 cm (48 palců).

- 5 Polotovarová deska má s výhodou tloušťku od 1,016 cm (0,40 palce) do 3,81 cm (1,5 palce).

Polotovarová deska má s výhodou délku, která je o 10 % nebo méně větší, než délka obdélníkové bramy.

- 10 Způsob podle tohoto vynálezu dále s výhodou obsahuje zušlechťování polotovarové desky.

Zušlechťování se s výhodou provádí ve vakuu nebo v inertních podmínkách při teplotě od 700 °C do 1500 °C po dobu od 30 minut do 24 hodin.

- 15 Nejméně jeden z válcových průchodů druhého válcování se s výhodou provádí v transversálním směru vzhledem k nejméně jednomu válcovému průchodu prvního válcování.

Válcovací průchody druhého válcování jsou s výhodou multidirekcionální.

- 20 Při formování kvádrovité bramy prodělává průřezová plocha kovového ingotu skutečné protažení nejméně 95 % vzhledem k průřezové ploše kvádrovité bramy.

Skutečné protažení v průřezové ploše je s výhodou nejméně 100 %.

- 25 Skutečné protažení je s výhodou od 0,06 do 0,15 na jeden průchod.

Každý válcovací průchod při druhém válcování poskytuje s výhodou skutečné protažení, které odpovídá skutečnému protažení předcházejícího válcového průchodu  $\pm 25$  %.

- 30 Každý válcovací průchod při druhém válcování může s výhodou poskytovat skutečné protažení, které odpovídá skutečnému protažení předcházejícího válcového průchodu  $\pm 5$  %.

Podle tohoto vynálezu byla rovněž vyvinuta kovová deska vyrobená shora uvedeným způsobem, která má jako ventilová kovová deska průměrnou zrnitost 20  $\mu\text{m}$  nebo méně.

35

Pro dosažení těchto a dalších výhod a v souladu s cíli předloženého vynálezu, jak je ztělesněn a podrobně zde popsán, se předložený vynález týká způsobu výroby kovového výrobku majícího finální tloušťku. Způsob zahrnuje přetváření kovového ingotu do formy bramy, jako pravoúhelníkové bramy mající délku, šířku a tloušťku, kde dva z těchto rozměrů jsou navzájem jeden do 25 % druhého nebo do 15 % druhého, a potom provádění prvního válcování bramy pro vytvoření polotovarové desky, kde první válcování zahrnuje jeden nebo více válcovacích průchodů. Způsob volitelně dále zahrnuje druhé válcování polotovarové desky pro vytvoření kovové desky, kde druhé válcování zahrnuje jeden nebo více válcovacích průchodů, kde každý z válcovacích průchodů druhého válcování výhodně propůjčuje skutečnou přetvářecí redukci větší než asi 0,06. Předložený vynález se dále týká výrobků zhotovených tímto způsobem, zahrnujících rozprašovací terče a další součásti. Válcovací kroky mohou být kroky válcování za studena nebo válcování za tepla nebo válcování za horka.

40

45

- 50 Je třeba poznamenat, že výše uvedený obecný popis i následující podrobný popis jsou pouze příkladné a vysvětlující a jsou určeny pro poskytnutí dalšího vysvětlení předloženého vynálezu, jak je předmětem patentových nároků.

- 55 Příložené obrázky, které jsou zahrnuty v přihlášce a představují část této přihlášky, ilustrují některá vytvoření předloženého vynálezu a společně s popisem slouží k vysvětlení základů předloženého vynálezu.

Objasnění výkresů

5 Předmětný vynález bude dále podrobněji objasněn na příkladech jeho provedení, jejichž popis bude podán s přihlédnutím k příloženým výkresům.

Obr. 1a a obr. 1b znázorňují postup příčného válcování.

10 Obr. 2 je schematické znázornění procesu přetváření podle jednoho provedení předloženého vynálezu.

Obr. 3 je schematické znázornění procesu přetváření podle jednoho provedení předloženého vynálezu.

15 Obr. 4 je kódovaná mapa orientace s inverzním souřadnicovým diagramem pro tantalovou desku podle předloženého vynálezu.

20 Obr. 5 je kódovaná mapa orientace krystalů s tolerancí 5 stupňů pro tantalovou desku podle předloženého vynálezu.

Obr. 6 je mapa orientace krystalů s tolerancí 10 stupňů pro tantalovou desku podle předloženého vynálezu.

25 Obr. 7 je mapa orientace krystalů s tolerancí 15 stupňů pro tantalovou desku podle předloženého vynálezu.

Obr. 8 jsou souřadnicové diagramy pro (111), (001) a (110) a obr. 9 jsou inverzní souřadnicové diagramy pro tantalovou desku podle předloženého vynálezu.

30 Obr. 10 je histogram velikosti zrna s daty pro tantalovou desku podle předloženého vynálezu.

Obr. 11 je vývojový diagram znázorňující kroky způsobu a parametry procesu pro různá provedení předloženého vynálezu.

35 Obr. 12 je výkres kovového výrobku, jako například disku, který dále znázorňuje vhodné lokality pro odběr vzorků kovového výrobku pro měření textury a/nebo velikosti zrna pro dosažení úplné znalosti kovového výrobku ve všech rovinách (x, y, z).

40

Příklady uskutečnění vynálezu

Předložený vynález se týká způsobu výroby přetvářeného kovu, volitelně s rozměry dostatečnými k rozdělení na množství bram nebo rozprašovacích terčů, ingotů, tyčí, desek a podobně, které pak mohou být tvarovány na kovové výrobky, jako například rozprašovací terče. Ventilový kov může mít vynikající metalurgické a texturní vlastnosti. Kov má s výhodou stejnoměrnou jemnou velikost zrna a homogenní mikrostrukturu a/nebo nevykazuje nebo v podstatě nevykazuje gradienty textury.

50 Například, kov může být ventilový kov, přičemž ventilový kov může mít průměrnou velikost zrna menší než 100 mikrometrů a/nebo texturu, která je v podstatě prostá texturních linek (nebo proužkování), například (100) texturních linek nebo jiných typů (x, y, z) texturních linek.



Předložený vynález se také týká způsobů a kovových produktů použitelných v četných technologiích, včetně oboru tenkých filmů (např. rozprašovacích terčů a dalších součástí, preforem pro tyto terče, a podobně).

- 5 Vynález se týká zvláště způsobů přípravy kovového materiálu majícího požadované vlastnosti (např. texturu, velikost částic a podobně) a dále se týká produktu samotného. Podle jednoho provedení, způsob předně zahrnuje zpracování kovového ingotu (například tantalového ingotu), s výhodou do pravoúhlé formy nebo jiných vhodných forem pro přetvářecí zpracování (např. tvarování bramy z ingotu majícího pravoúhelníkový průřez, čtvercový průřez, osmiúhelníkový  
10 průřez nebo kruhový průřez). Ingot je komerčně dostupný.

15 Ingot může být vyroben podle postupu popsaného v patentu US 6348113, Michaluk a jiní, který je zde odkazem zahrnut. Pokud jde o kovový ingot, kovový ingot může mít jakýkoliv průměr a délku. Kov může být kov s prostorově centrovanou kubickou mřížkou. Kov může být ventilový kov, jako například tantal nebo niob, nebo slitina obsahující alespoň jeden kov s prostorově centrovanou kubickou mřížkou nebo alespoň jeden ventilový kov.

20 V rámci předloženého vynálezu, ventilové kovy obecně zahrnují tantal, niob a jejich slitiny, a mohou také zahrnovat kovy skupin IVb, Vb a VIb, a hliník a měď a jejich slitiny. Ventilové kovy jsou popsány například v publikaci Diggle: "Oxides and Oxide Films," sv. 1, str. 94–95, 1972, Marcel Dekker Inc., New York, která je zde odkazem zahrnuta. Ventilové kovy se obvykle získávají z jejich rud a upravují na prášky pomocí procesů, které zahrnují chemickou redukci, jak je popsáno například v patentu US 6348113, primární zpracovatel kovu.

25 Další techniky rafinace kovů, které typicky provozuje zpracovatel primárního kovu, zahrnují tepelnou aglomeraci kovového prášku, dezoxidaci aglomerovaného kovového prášku v přítomnosti getru, a poté loužení dezoxidovaného kovového prášku v kyselé loužicím roztoku, jak je popsáno například v patentu US 6312642.

30 Primární zpracovatel kovu pak může podrobit prášek ventilového kovu nebo roztavenou vsázku tavení elektronovým paprskem nebo vakuovému obloukovému tavení nebo jiné technice tavení pro odlévání nebo tvarování kovového ingotu. Kov zpracováváný v rámci předloženého vynálezu může být žáruvzdorný kov, avšak mohou být použity i jiné kovy. Konkrétní příklady toho typu kovů, které mohou být zpracovány podle předloženého vynálezu, zahrnují, aniž by na ně byly  
35 omezeny, tantal, niob, měď, titan, zlato, stříbro, kobalt a jejich slitiny.

Podle alespoň jednoho provedení předloženého vynálezu má kovový ingot s výhodou průměr alespoň 8 palců, výhodněji má průměr alespoň 9½ palce, alespoň 11 palců, alespoň 12 palců nebo větší. Například může kovový ingot mít průměr od asi 10 palců do asi 20 palců nebo od asi 9½  
40 palce do asi 13 palců, nebo od 10 palců do 15 palců, nebo od 9½ palce do 15 palců nebo od 11 palců do 15 palců. Výška nebo délka ingotu mohou mít jakoukoliv velikost, jako například alespoň 20 palců, alespoň 30 palců, alespoň 40 palců, alespoň 45 palců a podobně. Například, délka nebo výška ingotu může být od asi 20 palců do asi 120 palců nebo od asi 30 palců do asi 45 palců. Ingot může mít válcovitý tvar, avšak mohou být použity také jiné tvary. Po vytvoření  
45 ingotu a před přetvářením ingotu může být ingot volitelně začištěn za použití konvenčních technik. Například, začištění (s úběrem z povrchu) může vést k redukci průměru ingotu, například k redukci od asi 1 % do asi 10 %.

50 V konkrétním příkladu, ingot může mít jmenovitý průměr po odlití 12 palců a v důsledku začišťování může mít po začištění průměr 10,75 až 11,75 palce.

Podle alespoň jednoho provedení předloženého vynálezu je kovový ingot přetvářen do tvaru bramy, s výhodou pravoúhelníkové bramy, mající délku, šířku a tloušťku, kde alespoň dva z těchto tří rozměrů jsou navzájem jeden do 25 % druhého nebo do 15 % druhého.

55

Výhodněji, alespoň dva z těchto tří rozměrů jsou navzájem jeden do 10 % nebo do 5 % nebo do 1 % druhého, například jsou navzájem jeden v mezích od 0,1 do 25 % druhého, nebo v mezích od 0,5 % do 15 % druhého, nebo v mezích od 1 % do 10 % druhého. Jinými slovy, dva ze tří rozměrů mohou být šířka a tloušťka bramy, která je vytvořena po přetváření kovového ingotu.

5 Nejvýhodněji, dva ze tří rozměrů jsou v podstatě stejné nebo přesně stejné. Například, dva ze tří rozměrů, jako například tloušťka a šířka, jsou oba 5 až 5½ palce.

V jednom nebo více provedení je kovový ingot přetvářen do tvaru bramy mající jakékoliv tvary průřezu, jako například čtvercový průřez, pravoúhelníkový průřez, osmiúhelníkový průřez, kruhový průřez a podobně. Toto přetváření na bramu s výhodou vede k redukci oblasti průřezu ingotu alespoň 0,95 nebo 95 % (vztaženo na skutečné přetváření), a výhodněji alespoň 1,0 čili 100 %, ještě výhodněji 1,2 čili 120 %, vztaženo na skutečné přetváření. Redukce plochy průřezu může být v rozmezí od 0,95 do 5,0 nebo od 1,0 do 5,0 nebo od 1,1 do 4,7 nebo od 1,0 do 4,5 nebo od 1,1 do 4 nebo od 1,5 do 3 nebo od 2,0 do 4,0 a podobně, vztaženo na skutečné

10 přetváření. Tato redukce plochy průřezu může být vypočtena prostřednictvím stanovení plochy průřezu válcovitého ingotu ležícího na boku (tj.  $\pi R^2$ ) a poté vypočtením plochy průřezu bramy, do znamená výška x šířka. Skutečná přetvářecí redukce se vypočítává podle následujícího vzorce:  $\epsilon = \ln(T/T_0)$ , kde T je tloušťka před redukcí a  $T_0$  je tloušťka po redukcí. V obou případech se zanedbává délka ingotu a délka výsledné bramy, neboť ta není součástí výpočtu plochy průřezu.

20 Například, jestliže se použije 12 palcový kruhový ingot, plocha průřezu je 113,1 čtverečního palce, a jestliže se tento ingot přetváří na pravoúhelník mající plochu průřezu, kde je šířka i tloušťka 5<sup>^</sup> palce, pak bude skutečná přetvářecí redukce v ploše průřezu asi 1,32 nebo asi 132 %. Vysoké procento redukce v ploše průřezu může být spojeno s provedením, při kterém jsou alespoň dva ze tří rozměrů, jakmile je ingot přetvářen na bramu, jsou navzájem jeden do 25 % druhého nebo do 10 % druhého, nebo jsou navzájem jeden do 10 % druhého nebo jsou navzájem jeden do 5 % druhého nebo jsou navzájem jeden do 1 % druhého, nebo jsou v podstatě shodné.

25

Přetváření kovového ingotu může být dosaženo za použití jakéhokoliv standardního tváření kovu. S výhodou se přetváření kovového ingotu na bramu provádí technikami kování, jako například kování tlakem, kování úderem a/nebo zápusťkové kování (nebo jinými přetvářecími technikami, například protlačováním) nebo kombinací kování, protlačování a podobně. Nejvýhodněji se přetváření kovového ingotu provádí kováním tlakem, kdy válcovitý kovový ingot leží na boku a tlakem je kován zdola a shora, načež je otočen o 90° a podroben dalšímu kování tlakem, přičemž tento proces pokračuje dokud není vytvořena požadovaná brama mající rozměry zde popsané.

30 Toto kování se může provádět v otevřené formě. Po přetváření kovového ingotu do formy bramy může brama volitelně mít čtvercový nebo přibližně čtvercový průřez jakékoliv požadované délky. Mohou být získány také jiné tvary průřezu. Brama může mít dostatečnou velikost a objem pro výrobu jednoho nebo více kovových výrobků, jako například desek, polotovary rozprašovacích terčů a podobně. Pro účely tohoto vynálezu, konečným výrobkem může být jakýkoliv kovový výrobek, a polotovary rozprašovacích terčů představují pouze preferovaný příklad. Brama by také měla mít dostatečnou tloušťku pro umožnění docílení nezbytného množství operací (např. obrábění za studena) v průběhu zpracování pro dosažení vhodné reakce na žíhání a s výhodou pro zamezení vzniku mramorovaného povrchu. V této souvislosti, výlučně jako příklad, brama může mít tloušťku od asi 3 do asi 11 palců, a šířku od asi 3 do asi 11 palců, a délku od asi 18 do asi 200

35 palců nebo více. Průřez bramy může být pravoúhelníkový, čtvercový, osmiúhelníkový nebo kruhový. Rozměry zde uvedené platí pro čtvercový nebo obdélníkový průřez. Obdobné rozměry, kdy celková šířka a tloušťka bramy (nebo plocha) jsou obecně podobné, mohou být použity pro nepravoúhelníkové tvary.

40

Brama může být, po vytvarování na bramu nebo kdykoliv později, rozdělena na množství bram za použití konvenčních metod řezání kovu, například řezáním pilou. Počet rozdělených bram závisí na počáteční délce a požadovaných rozměrech dohotovených kovových výrobků. Například, brama o délce 150 až 200 palců může být rozdělena na více bram majících délku 20 až 40 palců, například 30 palců. S výhodou má brama tloušťku 4,5 až 6 palců, šířku 4,5 až 6

55 palců, délku 30 palců, s válcovanými plochami s výhodou se dvěma protilehlými válcovanými

povrchy, které jsou ploché v mezích 0,040 palce nebo méně. Pro účely předloženého vynálezu mohou být použity i jiné rozměry. Například, pravoúhelníková forma mající v podstatě čtvercový průřez může mít rozměry 5 krát 5 palců při délce větší než 30 palců. Tyto bramy mohou být  
 5 začištěny výše popsaným způsobem. Například, dvě strany tvořící tloušťku mohou být začištěny a může být ubráno celkem 0,250 palce (0,125 palce na každé straně). Podle volby může být začištěn jeden nebo více povrchů nebo všechny povrchy. Brama může být volitelně tepelně zpracována (např. žiháním) jednou nebo vícekrát, například v ochranné atmosféře (např. žiháním v inertním plynu nebo ve vakuu) pro dosažení uvolnění pnutí, částečnou rekrystalizací a/nebo úplnou rekrystalizací. Podmínky žihání, které mohou být použity, jsou popsány níže. Brama pak  
 10 může být podrobena alespoň prvnímu válcování pro vytvoření polotovarové desky, přičemž první válcování může zahrnovat množství válcovacích průchodů. Způsob může volitelně dále zahrnovat podrobení polotovarové desky druhému válcování pro vytvoření kovové desky, přičemž druhé válcování může zahrnovat množství válcovacích průchodů, a přičemž každý z válcovacích průchodů druhého válcování s výhodou propůjčuje skutečnou přetvářecí redukci asi  
 15 0,06 nebo více (např. 0,06 až 0,35 na průchod, 0,06 až 0,25 na průchod, 0,06 až 0,18 na průchod, 0,06 až 0,16 na průchod, 0,06 až 0,15 na průchod, 0,06 až 0,13 na průchod, 0,06 až 0,12 na průchod, 0,06 až 0,10 na průchod, 0,08 až 0,18 na průchod, 0,09 až 0,17 na průchod, 0,1 až 0,15 na průchod), nebo například asi 0,12 nebo více, nebo například ne více než asi 0,35 na průchod. Finální válcovací průchod druhého válcování může volitelně propůjčovat skutečnou přetvářecí redukci, která je ekvivalentní nebo větší než skutečná přetvářecí redukce propůjčovaná ostatními  
 20 válcovacími průchody. Alespoň jeden (s výhodou všechny) válcovací průchody druhého válcování mohou být prováděny v příčném směru vzhledem k alespoň jednomu z válcovacích průchodů prvního válcování. Válcovací průchody prvního a/nebo druhého válcování mohou být vícesměrové, kruhové a podobně. Válcovací kroky mohou být kroky válcování za studena nebo  
 25 válcování za tepla nebo válcování za horka. Definice skutečné přetvářecí redukce je  $\varepsilon = \ln(t_i/t_f)$ , kde  $\varepsilon$  je skutečná přetvářecí redukce,  $t_i$  je počáteční tloušťka (před redukcí) desky,  $t_f$  je finální tloušťka (po redukcí) desky, a  $\ln$  je přirozený logaritmus poměru.

Podle jednoho provedení může skutečná přetvářecí redukce v každém následujícím válcovacím  
 30 průchodu v prvním válcování a/nebo ve druhém válcování činit do 25 % skutečné přetvářecí redukce v předcházejícím průchodu, a může být do 20 % nebo do 15 % nebo do 10 % nebo do 7 % nebo do 5 % nebo do 2,5 % nebo do 1 % skutečné přetvářecí redukce v předcházejícím průchodu. Například, skutečná přetvářecí redukce následujícího válcovacího průchodu může být shodná nebo přibližně stejná jako skutečná přetvářecí redukce předcházejícího válcovacího  
 35 průchodu, nebo může být v mezích od 0,5 % do 25 % nebo v mezích od 1 % do 20 % nebo v mezích od 1,5 % do 15 % skutečné přetvářecí redukce předcházejícího válcovacího průchodu. Tato volba, skutečné přetvářecí redukce příštího nebo následujícího válcovacího průchodu je blízká skutečné přetvářecí redukci předcházejícího válcovacího průchodu, může přispět ke stejnoměrnější textuře a/nebo velikosti zrna kovu.

40 Jak je výše uvedeno, každá brama se válcuje (např. válcováním za studena nebo válcováním za tepla nebo válcováním za horka) pro vytvoření desky požadované tloušťky a velikosti pro získání jednoho nebo více polotovarů rozprašovacích terčů v souladu s následujícími kritérii. Brama se válcuje do tvaru polotovarové desky mající tloušťku mezi tloušťkou bramy a tloušťkou  
 45 požadované dohotovené desky. Polotovarová deska například může mít tloušťku od asi 0,3 do asi 1,5 palce. Tloušťka polotovarové desky, například propůjčená skutečným přetvářením při válcování z polotovarové tloušťky na finální, může být asi 0,35 nebo více, s výhodou asi 0,50 nebo více, nebo, podle alespoň jednoho provedení, ne více než 1,0, například 0,35 až asi 1,0 celkového skutečného přetváření propůjčeného válcováním bramy z polotovarové tloušťky na  
 50 finální tloušťku. Finální válcování druhého válcování může propůjčovat skutečnou přetvářecí redukci, která se rovná nebo je větší než skutečná přetvářecí redukce propůjčovaná kterýmkoliv jiným válcovacím průchodem. Například, při válcování 5,25" bramy za studena na dohotovenou desku mající tloušťku 3,00" představuje skutečná přetvářecí redukce 2,86; dohotovená deska mající tloušťku 0,569" by měla skutečné přetváření propůjčené při válcování z polotovarové  
 55 tloušťky na finální tloušťku 0,64. Obdobně například dohotovená deska válcovaná z

polotovarové desky mající tloušťku 0,950" by měla skutečné přetváření propůjčené při válcování z polotovarové tloušťky na finální tloušťku (0,300") 1,15 při skutečném přetváření propůjčeném při válcování z bramy na polotovarovou desku asi 1,71. Pro účely předloženého vynálezu, každý krok válcování popsaný v předloženém vynálezu může být krok válcování za studena, válcování za tepla nebo válcování za horka, nebo kombinace těchto kroků. Dále, každý krok válcování může zahrnovat jeden nebo více válcovacích kroků, přičemž jestliže je v jednom konkrétním kroku válcování použit více než jeden válcovací krok, mohou všechny násobné válcovací kroky představovat válcování za studena, válcování za tepla a/nebo válcování za horka, nebo může být realizován jako kombinace kroků válcování za studena, válcování za tepla a/nebo válcování za horka. Uvedeným termínům odborník v oboru rozumí. Válcování za studena se typicky provádí při teplotách okolí nebo nižších, zatímco válcování za tepla se typicky provádí při teplotách poněkud vyšších než je teplota okolí, například o 10 °C až asi 25 °C vyšších než je teplota okolí, a válcování za horka se provádí typicky při teplotách o 25 °C nebo více vyšších než je teplota okolí, přičemž teplotou se rozumí teplota kovu. V rámci předloženého vynálezu může být válcování bramy, jako například pravoúhelníkové bramy, dosaženo jakýmkoliv režimem a směrem válcování. Například může být válcování bramy provedeno příčným válcováním. Redukce dosažené válcováním ve dvou nebo více směrech mohou být v obou směrech stejné nebo mohou být v každém směru různé. Například v jednom provedení předloženého vynálezu může být brama podrobena příčnému válcování ve dvou směrech šířky, například jak je znázorněno na obr. 1A a 1B. Válcování v obou těchto směrech může být podobné z hlediska dosažení stejného % redukce v tloušťce bramy nebo se může lišit tím, že % redukce v jednom směru je větší než ve druhém směru. "První válcování" může probíhat celé ve stejném směru nebo v různých směrech. Také "druhé válcování" může probíhat celé ve stejném směru nebo v různých směrech. První válcování může probíhat ve směru odlišném od druhého válcování. Například, při příčném válcování, první válcování může probíhat celé v jednom směru, a druhé válcování může probíhat v úhlu 90° k prvnímu válcování. Jako další příklad, skutečné % přetvářecí redukce v jednom směru (vztaženo na redukci tloušťky) může činit 100 % nebo více, 150 % nebo více, 200 % nebo více, 300 % nebo více, 350 % nebo více, nebo 400 nebo více (např. od 100 % do 500 % nebo od 150 % do 400 %) vzhledem ke druhému směru. Například, % redukce ve směru šířky (podél šířky) může být o 50 % až 400 % větší než ve směru délky (podél délky). Jako další příklad, redukce v jednom směru může být řádově 60 % až 300 % nebo od asi 50 % do asi 85 % nebo od asi 70 %, přičemž tato procenta redukce jsou vztažena k výchozí tloušťce bramy před válcováním. V jednom nebo více provedeních má brama, která je s výhodou pravoúhelníková, tloušťku před prvním válcováním, která je alespoň 5 krát větší než je finální tloušťka kovového výrobku, nebo je alespoň 10 krát větší než je finální tloušťka kovového výrobku, nebo je alespoň 15 krát větší než je finální tloušťka kovového výrobku, nebo je alespoň 20 krát větší než je finální tloušťka kovového výrobku, například asi 5 krát až asi 20 krát větší než je finální tloušťka kovového výrobku. Pro účely předloženého vynálezu může být kovový materiál, před tvářením kovu nebo po jakémkoliv opracování kovu (např. válcování nebo podobně), tepelně zpracován (např. žihán) jednou nebo vícekrát (např. 1, 2, 3, 4 nebo vícekrát) v každém zpracovacím kroku. Toto tepelné zpracování může docílit uvolnění pnutí a/nebo částečnou nebo úplnou rekrystalizaci.

Při válcování velké bramy na polotovarovou desku často není praktické ani nutné provádět velké přetvářecí redukce při každém válcovacím průchodu pro dosažení stejnoměrného zformování polotovarové desky. Jedním účelem válcování z bramy na polotovarovou desku je vyrobit polotovarovou formu řízeným a reprodukovatelným procesem. Polotovarová forma může mít dostatečnou velikost, aby mohla být válcována na finální desku nebo desky dostatečné velikosti pro získání jednoho nebo více kovových výrobků, jako polotovarů rozprašovacích terčů. Pro optimalizaci výtěžku produktu z bramy je výhodné řídit proces tak, aby byla míra redukce bramy na polotovarovou desku reprodukovatelná od bramy k bramě, a aby byla velikost bočního roztažení bramy omezena. Pokud by měla délka tvářeného kusu přesahovat přijatelnou mez, bylo by obtížné válcovat polotovarovou desku na cílové rozmezí tloušťky a současně dosáhnout minimální šířky nezbytné pro optimalizaci výtěžku produktu. V alespoň jednom provedení má

polotovarová deska délku, která je větší než délka bramy o alespoň 10 % nebo více (např. od 10 % do 50 % nebo od 15 % do 45 % nebo od 20 % do 40 %).

5 Proces válcování bramy na polotovarovou desku může začít s malými redukcemi při každém válcovacím průchodu. Například, viz dále uvedené tabulky 1–3. Ačkoliv režim válcování bramy na polotovarovou desku může být definován k cílové požadované skutečné přetvářecí redukci na jeden průchod, byl by takovýto přístup nevhodný a časově náročný pro implementaci, monitorování a kontrolu tolerancí. Výhodnější přístup je válcovat bramu na polotovarovou desku za použití režimu válcování definovaného změnami nastavení válcovací štěrby, viz dále  
10 uvedené tabulky 1–3. Proces může začít provedením jednoho nebo dvou "kalibrovacích průchodů" pro dosažení předem stanoveného nastavení válcovací mezery, a pokračovat zmenšováním válcovací mezery o předem stanovenou míru po každém průchodu. Změna nastavení válcovací mezery s každým průchodem může být udržována konstantní, může narůstat postupně nebo může narůstat přírůstkově. Když se tloušťka tvářeného kusu blíží cílové tloušťce  
15 pro polotovarovou desku, může být změna nastavení válcovací mezery upravována operátorem válcovací stolice pro dosažení požadované šířky a tloušťky polotovarové desky.

Je nutno dbát, aby byla omezena míra bočního roztažení tvářeného kusu při válcování bramy na polotovarovou desku. Boční roztažení může vznikat prováděním zplošťovacích průchodů, takže  
20 by měl být minimalizován počet zplošťovacích průchodů a velikost přetváření propůjčená zplošťovacím průchodem. Celkový počet zplošťovacích průchodů může být 1 až 20 nebo 1 až 10 nebo 1 až 5. Přivádění tvářeného kusu do válcovací stolice pod úhlem také není preferováno. Je vhodné použití tlačné tyče pro zavádění tvářeného kusu do válcovací stolice.

25 Volitelně se mohou po prvním válcování, které může být například příčné válcování, rozměry ve směru válcování zvětšovat, a v jednom nebo více provedeních se mohou rozměry ve směru válcování zvětšovat značně. Například, jestliže se první válcování provádí ve směru šířky či podél směru šířky, může se šířka zvětšit od 100 % do 1000 % nebo více. To je uvedeno výlučně jako příklad. Když se rozměry ve směru válcování dramaticky zvětší, volitelně může být  
30 válcovaná brama nebo polotovarová deska rozdělena na dvě nebo více polotovarových desek. Jako další příklad, když se rozměry ve směru válcování zvětší, může být polotovarová deska rozdělena na poloviny nebo na třetiny nebo na čtvrtiny, v závislosti na požadovaných finálních rozměrem finálního produktu. Jako další příklad, šířka může být asi 50 palců po prvním válcování, a po odstranění okrajů, polotovarová deska může být nařezána tak, že šířka každé  
35 polotovarové desky je asi 20 palců. Volitelně také přední (čelní) okraj a zadní (ocasní) okraj desky, která vstupuje do válců, mohou být odstraněny. Někdy se tyto okraje nazývají „staženinami" kvůli tvarování, ke kterému dochází na okrajích desky (přední a zadní) v průběhu válcování. Tyto úseky "staženin" mohou být odstraněny z předního a zadního okraje, a někdy mohou činit 1 % až 15 % celkového rozměru ve směru válcování. Například, z šířky asi 40 palců  
40 může být odstraněno 5 palců úseku „staženin" na každém okraji. Po prvním válcování může být polotovarová deska volitelně tepelně zpracována nebo žíhána za použití podmínek popsanych dále.

Po druhém volitelném válcování může být úsek "staženin" na předním okraji, na zadním okraji  
45 nebo na obou okrajích volitelně odstraněn stejným způsobem jako je výše popsáno v souvislosti s úsekem "staženin" vznikajícím po prvním válcování. Dále, po prvním a/nebo druhém válcování, deska může být žíhána způsobem popsáním níže. Deska také může být rozdělena na požadované rozměry podle finálního produktu. Například, materiál může být na požadované rozměry stříhán nebo řezán hořákem. Po kterémkoliv přetvářecím kroku nebo před kterýmkoliv přetvářecím  
50 krokem také může být kov, například brama nebo deska, horizontálně válcován pro dosažení stejnoměrnější rovinnosti přes jeden nebo více povrchů kovu tak, aby dva protilehlé válcovací povrchy byly ploché v rozsahu 0,050 palce nebo méně, například 0,020 palce nebo méně, nebo v rozsahu 0,010 palce nebo méně (např. v rozsahu 0,001 až 0,050 palce, nebo v rozsahu 0,005 palce až 0,020 palce).

55

Před a/nebo po každém přetvářecím kroku a/nebo kroku začišťování/praní a/nebo kroku dělení nebo řezání, kov může být jednou nebo vícekrát (např. 1, 2, 3, 4 nebo vícekrát) žíhán. Žíhání se s výhodou provádí ve vakuu  $5 \times 10^{-4}$  torr nebo vyšším, a při dostatečné teplotě a po dobu dostatečnou pro zajištění zotavení či úplné rekrystalizace kovu. Mohou být použity jiné podmínky žíhání. Kov může být volitelně žíhán při teplotě od asi 700 – 1500 °C nebo od asi 850 do asi 1500 °C po dobu asi 10 až 30 minut nebo až asi 24 hodin nebo více, a výhodněji při teplotě od asi 1050 až asi 1300 °C po dobu 1–3 hodin nebo více, pro dosažení uvolnění pnutí a/nebo částečné nebo úplné rekrystalizace, a s výhodou bez nadměrného nestejnomyerného růstu zrna. Žíhací teplotou se rozumí teplota uvnitř vyhřívaného prostoru nebo pece.

Cílem válcování polotovarové desky na dohotovenou desku může být propůjčit dostatečné skutečné přetváření na jeden průchod pro dosažení homogenního přetváření v tloušťce desky pro dosažení jemné a stejnoměrné struktury zrna a textury materiálu po žíhání. V alespoň jednom provedení je požadováno propůjčit v každém válcovacím průchodu, při redukování tloušťky polotovarové desky na tloušťku hotové desky, minimálně 0,06 skutečné přetvářecí redukce (např. 0,06 až 0,19, nebo 0,06 až 0,18, 0,06 až 0,15, nebo 0,06 až 0,12) v každém válcovacím průchodu. Je žádoucí, aby směr válcování v průběhu procesu druhého přetvářecího válcování byl kolmý ke směru prvního válcování polotovarové desky. Nicméně přímé válcování od bramy do dohotovené desky nebo kruhové válcování polotovarové desky na dohotovenou desku je také možné.

Každá polotovarová deska pak může být válcována (např. válcována za studena) na dohotovenou desku požadovaných rozměrů za použití režimu válcování s definovaným minimálním skutečným přetvářením na jeden průchod. Pro zajištění konzistentnosti procesu a produktu od série k sérii je výhodné, aby byly počty průchodů s velkou redukcí a rozmezí přípustné skutečné přetvářecí redukce v každém průchodu předem definovány (například jak je znázorněno v tabulkách 1 – 3). Pro zabránění nadměrného zakřivení desky po válcování je prospěšné, když poslední válcovací průchod propůjčuje větší skutečnou přetvářecí redukci než předcházející válcovací průchody. Příklad režimu válcování polotovarové desky na finální produkt je následující: série polotovarových desek s tloušťkou v rozmezí 0,4–1,00" může být válcována na cílovou tloušťku 0,300" pěti redukčními průchody se skutečným přetvářením na jeden průchod 0,06–0,22 nebo 0,06 až 0,18.

V kterémkoliv časovém okamžiku nebo stupni může být brama, polotovarová deska a/nebo dohotovená deska zpracována aby měla ploché a paralelní strany. Je výhodné, aby válcované strany byly zpracovávány způsobem, který nekontaminuje povrch a nevpravuje do něho nežádoucí materiály. Pro vytvoření plochých a paralelních válcovaných stran jsou preferovány způsoby obrábění jako například frézování nebo okružování. Mohou být použity také jiné způsoby, jako například broušení nebo lapování (např. za použití strojů od firmy Blanchard, Mattison, Gockel, nebo Reform, a pro odstranění jakýchkoliv kontaminantů mohou být použity následné operace začišťování, jako například hluboké moření, pro odstranění například asi 0,001" ze všech povrchů.

V kterémkoliv okamžiku nebo stupni, brama, polotovarová deska a/nebo dohotovená deska pak mohou být začištěny pro odstranění jakéhokoliv nežádoucího materiálu z povrchu, jako oleje a/nebo oxidických reziduí. Postačí kyselý mořicí roztok z kyseliny fluorovodíkové, kyseliny dusičné a demineralizované vody, jak je popsáno v patentu US 6348113. Jak je výše uvedeno, brama, polotovarová deska a/nebo dohotovená deska a/nebo kovový výrobek mohou být žíhány ve vakuu nebo v inertní atmosféře, například při teplotě mezi 700 – 1500 °C nebo 850 – 1500 °C po dobu asi 10 – 30 minut nebo až asi 24 hodin nebo více, a výhodněji při teplotě od asi 1050 do asi 1300 °C po dobu 2 – 3 hodin, pro dosažení uvolnění pnutí a/nebo částečné nebo úplné rekrystalizace bez nadměrného nestejnomyerného růstu zrna nebo sekundární rekrystalizace.

Obr. 2 a 3 znázorňují několik provedení tváření kovového ingotu 10, například tantalu nebo niobu, pro zhotovení desek 100, podle několika provedení předloženého vynálezu. Kovový ingot 10 může být nejprve přetvářen například kováním (např. jak je naznačeno šipkami, kováním

tlakem) pro vytvoření bramy 20. Brama 20 může mít tvar pravoúhelní ku majícího první rozměr L, druhý rozměr W kolmý k prvnímu rozměru L, a třetí rozměr T kolmý k druhému rozměru W, který může být do 15 % druhého rozměru W. Brama 20 může být volitelně žihána, jak je uvedeno výše. Volitelně může být brama 20 rozdělena na množství bram 25 majících rozměry W a T bramy 20, jak je znázorněno na obr. 2.

Brama 20 (nerozdělená) nebo rozdělená brama 25 může být válcována ve dvou směrech (nebo ve více než dvou směrech) pro vytvoření polotovarové desky a poté dohotovené desky 30.

Podle jiného provedení, přetváření bramy se může provádět blokovým válcováním bramy, s výhodou za použití blokové válcovací stolice. Hotová deska může být rozdělena na více desek, jak je znázorněno na obr. 3. Vícerozměrové přetváření ventilového kovu je rozdílné proti příčnému válcování bramy v jednom nebo více směrech, například jak je znázorněno na obr. 1a a 1b. V procesu příčného válcování se kovový polotovar 90 válcuje v prvním směru (A), a poté se válcuje ve druhém směru (B), který je kolmý k prvnímu směru (A), takže délka a šířka se zvětšují zatímco nejmenší rozměr (např. tloušťka) se zmenšuje. Příčné válcování tedy má za následek zploštění kovového tvářeného kusu na požadovanou tloušťku.

Vícerozměrové kování se také liší od redundantního kování, které obnovuje nebo v podstatě obnovuje předcházející tvar kovového polotovaru, jak je znázorněno například v patentové přihlášce US 2002/0112789 A1. Deska 30 nebo rozdělené desky 100 mohou být dále zpracovány na rozprašovací terče, jak je popsáno v patentu US 6348113 B1 (Michaluk a jiní) a v patentových přihláškách US 2003/0037847 A1; US 2003/0019746 A1; US 2002/0157736 A1; US 2002/0072475 A1; a US 2002/002695 A1, které všechny se zde odkazem v úplnosti zahrnují.

Rozprašovací terče nebo polotovary terčů mohou být například rovinné nebo válcovité (např. pro magnetron s dutou katodou), a mohou být připevněny či připojeny k podložní desce.

Obr. 11 znázorňuje, jako specifický příklad, zpracování kovu, které se provádí vycházející od vytvoření ingotu tavením surových kusů v EB peci (jedno nebo dvojnásobným) a poté obráběcím dočištěním ingotu. Ingot pak může být kován, dále dělen a poté obráběním dočišťován. Obráběním dočištěná rozdělená brama pak může být po okrajích válcována a úseky se "staženinami" pak mohou být odstraněny. Polotovarová deska, vytvořená prvním válcováním, může být dále dělena, jak je také znázorněno. Poté mohou být polotovarové desky otočeny a příčně válcovány, a poté mohou být desky řezány na požadovanou velikost. V kterémkoliv stupni tohoto procesu se může provádět žihání, na obr. 11 jsou uvedeny, pouze pro účely příkladu, různé výchozí průměry, rozměry a finální rozměry, a procento redukce.

Podle jednoho provedení vynálezu, dohotovený přetvářený kovový výrobek může mít rozměry dostatečné pro jeho rozdělení na množství rozprašovacích terčů, a s výhodou také jednoho nebo více vzorků pro kontrolu kvality. Dohotovený kovový výrobek může mít jakýkoliv tvar, s výhodou má v podstatě pravoúhelníkový tvar. Například, délka může být od 12 palců do 50 palců nebo více, šířka může být od 12 palců do 100 palců nebo více, a tloušťka může být od 0,1 do 1 palce nebo od 0,1 do 0,8 palce nebo od 0,1 do 0,5 palce. S výhodou má pravoúhelník rozměry 42 palců krát 84 palců, 20 palců krát 84 palců, nebo 24 palců krát 36 palců. S výhodou má kov nominální tloušťku od asi 0,1 do asi 0,8 palců, a výhodněji, od asi 0,25 do asi 0,46 palců.

Přetvářením ventilového kovu podle alespoň jednoho provedení předloženého vynálezu je možno vyrobit bramu mající průměrnou velikost zrna menší než asi 250 mikrometrů a/nebo texturu, která je v podstatě bez (100) texturních linek nebo jiných (x z z) texturních linek. Brama má s výhodou průměrnou velikost zrna od asi 5 do 100 mikrometrů nebo od asi 20 do asi 150 mikrometrů, nebo výhodněji 50 mikrometrů nebo méně. Průměrná velikost zrna může být od 5 do 75 mikrometrů, nebo od 5 do 50 mikrometrů, nebo od 5 do 35 mikrometrů, nebo od 5 do 25 mikrometrů, nebo od 5 do 20 mikrometrů.

Podle alespoň jednoho provedení předloženého vynálezu, způsob dále zahrnuje dělení bramy, válcované bramy, desky a/nebo dohotovené desky, a případné další mechanické opracování. Dělení může být dosaženo rozdělením bramy, válcované bramy nebo desky nebo dohotovené desky, na předem stanovený počet válcovaných kusů. Rozdělení je možno provádět například  
 5 řezáním, obráběním, řezáním vodním paprskem, ražením, plazmovým řezáním, řezáním plamenem, frézováním, broušením, řezáním pilou, řezáním laserem, vrtáním, obráběním elektrodou nebo kombinací těchto způsobů. Jeden nebo více oddělených kusů může být zvlášť upraven pro použití jako zkušební vzorek nebo vzorek pro kontrolu kvality.

Dále, předložený vynález se týká také způsobu výroby kovových desek vysoké čistoty (nebo jiných typů kovových desek), s výhodou dostatečné velikosti pro získání množství polotovarů rozprašovacích terčů nebo součástí. S výhodou má výsledný kov, například dohotovená deska (např. z tantalu), jemnou, stejnoměrnou mikrostrukturu. Průměrná velikost zrna může být od 5 do  
 10 75 mikrometrů, nebo od 5 do 50 mikrometrů, nebo od 5 do 35 mikrometrů, nebo od 5 do 25  
 15 mikrometrů, nebo od 5 do 20 mikrometrů. Výsledný kov, například ventilový kov, může mít průměrnou velikost zrna například asi 150 mikrometrů nebo méně, nebo asi 75 mikrometrů nebo méně, nebo 50 mikrometrů nebo méně, například 18 mikrometrů nebo méně, nebo 15 mikrometrů nebo méně, a/nebo texturu, která je v podstatě bez texturních linek, např. (100)  
 20 texturních linek nebo jiných (x y z) texturních linek. Výsledný kov může být zbaven nebo v podstatě zbaven texturních gradientů. Výsledný kov může být v podstatě zbaven nerekrystalizovaných linek. Výsledný kov může mít stejnoměrnou texturu na povrchu a/nebo v tloušťce, například (100), (111), smíšené textury

(111): (100), a podobně. Textura může být primární textura, jako například primární (111) textura  
 25 nebo primární (100) textura, nebo smíšená (111) (100) textura, přičemž vždy je s výhodou stejnoměrná na povrchu a/nebo v tloušťce. Textura může být náhodná, například stejnoměrná náhodná (či nedominantní) textura, s výhodou v tloušťce. Náhodnost může vykazovat jakýkoliv stupeň textury, který je s výhodou v podstatě konzistentní v kovu. Pro účely předloženého vynálezu, kovový tantal je v předložené přihlášce diskutován výlučně příkladně, přičemž je třeba  
 30 si uvědomit, že předložený vynález se stejně tak týká jiných kovů, včetně jiných ventilových kovů (například niobu), a jiných kovů a jejich slitin.

Pokud jde o bramu, polotovarovou desku, dohotovenou desku, kovové výrobky a/nebo rozprašovací terče, a všechny ostatní součásti včetně ingotu, tyto materiály mohou vykazovat  
 35 jakoukoliv čistotu kovu. Například, čistota může být 95 % nebo vyšší, například alespoň 99 %, alespoň 99,5 %, alespoň 99,9 %, alespoň 99,95 %, alespoň 99,99 %, alespoň 99,995 % nebo alespoň 99,999 %, například od 99,95 % do 99,99995 % nebo od 99,99 % do 99,999 %, kde % se týká kovu a zbytek představuje kovové nečistoty. Například, tuto čistotu může vykazovat tantalové brama, přičemž brama by měla obsahovat 99 % čistého tantalu a více s ohledem na  
 40 vyšší čistoty. Kovový výrobek nebo dohotovená deska mohou vykazovat jakoukoliv kombinaci čistoty kovu, textury a/nebo gramáže. Výchozí ingot nebo brama může mít jakoukoliv průměrnou velikost zrna, jako například 2000 mikrometrů nebo méně výhodněji 1000 mikrometrů nebo méně, 500 mikrometrů nebo méně, a ještě výhodněji 150 mikrometrů nebo méně.

Dále, pokud jde o texturu výchozí bramy nebo ingotu, z něhož je brama typicky vyrobena, jakož i ostatních následných součástí, které jsou výsledkem zpracování bramy, jako polotovarové bramy, jejich textura může být jakákoliv textura jako primární (100) textura nebo primární (111) textura  
 45 nebo a smíšená (111) : (100) textura (nebo jiná smíšená a/nebo náhodná textura) na povrchu a/nebo v tloušťce materiálu, například bramy. Materiál, například brama, může být s výhodou zcela bez texturního proužkování, například (100) texturního proužkování, když je textura  
 50 primární (111) textura nebo (111):(100) textura.

Podle jednoho provedení vynálezu, produktem způsobu podle předloženého vynálezu jsou s výhodou desky nebo kovové výrobky, jako rozprašovací terče, kde alespoň 95 % všech přítomných zrn má velikost 100 mikrometrů nebo méně, nebo 75 mikrometrů nebo méně, nebo  
 55



50 mikrometrů nebo méně, nebo 35 mikrometrů nebo méně, nebo 25 mikrometrů nebo méně. Průměrná velikost zrna může být od 5 do 75 mikrometrů, nebo od 5 do 50 mikrometrů, nebo od 5 do 35 mikrometrů, nebo od 5 do 25 mikrometrů, nebo od 5 do 20 mikrometrů. Výhodněji, produktem způsobu podle předloženého vynálezu jsou desky nebo rozprašovací terče, kde alespoň 99 % všech zrn má velikost 100 mikrometrů nebo méně, nebo 75 mikrometrů nebo méně, nebo 50 mikrometrů nebo méně, s výhodou 35 mikrometrů nebo méně a ještě výhodněji 25 mikrometrů nebo méně, například průměrná velikost zrna může být od 5 do 75 mikrometrů, nebo od 5 do 50 mikrometrů, nebo od 5 do 35 mikrometrů, nebo od 5 do 25 mikrometrů, nebo od 5 do 20 mikrometrů. S výhodou, alespoň 99,5 % všech přítomných zrn má tuto požadovanou granulometrii, výhodněji alespoň 99,9 % všech přítomných zrn má tuto granulometrii, to znamená 100 mikrometrů nebo méně, 75 mikrometrů nebo méně, 50 mikrometrů nebo méně, s výhodou 35 mikrometrů nebo méně a ještě výhodněji 25 mikrometrů nebo méně, například může být průměrná velikost zrna od 5 do 75 mikrometrů, nebo od 5 do 50 mikrometrů, nebo od 5 do 35 mikrometrů, nebo od 5 do 25 mikrometrů, nebo od 5 do 20 mikrometrů. Stanovení tohoto vysokého podílu zrn malé velikosti je s výhodou založeno na měření 500 zrn náhodně zvolených na mikrofotografii znázorňující strukturu zrna. Průměrná velikost zrna desky a/nebo kovového výrobku může být od asi 5 do asi 100 mikrometrů, nebo od asi 10 mikrometrů do asi 75 mikrometrů.

20 S výhodou, deska z ventilového kovu má primární (111) texturu nebo primární (100) texturu nebo smíšenou (111)(100) texturu na povrchu a/nebo transponovanou primární (111), transponovanou primární (100) nebo smíšenou transponovanou (111)(100) texturu v tloušťce.

Kromě toho, při výrobě desky (jakož i rozprašovacího terče), je produkt s výhodou v podstatě bez mramorování na povrchu desky nebo terče. "V podstatě bez mramorování" s výhodou znamená, že 25 % nebo méně plochy povrchu nebo desky nebo terče nemá mramorování, výhodněji 20 % nebo méně, 15 % nebo méně, 10 % nebo méně, 5 % nebo méně, 3 % nebo méně, nebo 1 % nebo méně plochy povrchu nebo terče nemá mramorování. Mramorování může být tvořeno skvrnami nebo velkými proužky, které obsahují texturu, která je jiná než primární textura. Například, když je přítomna primární (111) textura, mramorování ve formě skvrn nebo velkých proužků je typická plocha (100) textury, která je na povrchu desky nebo terče, a může stejně tak probíhat v tloušťce desky nebo terče. Za plochu skvrn nebo velkých proužků je možno pokládat plochu zaujímající povrch alespoň 0,25 % celé plochy povrchu desky nebo terče, a plocha jednotlivé skvrny na povrchu desky nebo terče může být i větší, například 0,5 % nebo 1 %, 2 %, 3 %, 4 %, nebo 5 % nebo více. Samozřejmě může být mramorování na povrchu desky nebo terče tvořeno více než jednou skvrnou. Za použití nedestruktivního testu proužkování popsáno v patentové přihlášce US 60/545617 je to možno kvantitativně potvrdit. Dále, deska nebo terč může mít proužkování ( % plochy proužkování) 1 % nebo méně, například 0,60 až 0,95 %. Předložený vynález slouží ke zmenšení velikosti jednotlivých skvrn vykazujících mramorování a/nebo snižuje počet veškerých vznikajících skvrn mramorování. Předložený vynález tedy minimalizuje velikost povrchu, který je ovlivněn mramorováním a snižuje počet vznikajících mramorovaných skvrn. Prostřednictvím omezení mramorování na povrchu desky nebo terče, deska nebo terč nemusí být podrobeny dalšímu zpracování desky nebo terče a/nebo následnému žíhání. Navíc není třeba pro odstranění efektu mramorování ubírat svrchní povrch desky nebo terče. Prostřednictvím předloženého vynálezu je tedy třeba méně fyzické práce na desce nebo terči, což vede k úsporám práce jakož i k úsporám z hlediska ztrát materiálu. Kromě toho, prostřednictvím zajištění produktu s menším mramorováním může být deska, a což je důležitější, terč rozprašován stejnoměrně a bez plýtvání materiálem.

50 Kovová deska podle předloženého vynálezu může mít plochu povrchu, která má po rozprašování nebo chemickém rozrušování méně než 75 %, například méně než 50 % nebo méně než 25 % třpytivých skvrn, například 0,5 % až 50 %, nebo 0,75 % až 25 % nebo 0,50 % až 15 %. S výhodou má plocha povrchu po rozprašování nebo chemickém rozrušování méně než 10 % třpytivých skvrn. Výhodněji má plocha povrchu po rozprašování nebo chemické reakci méně než 5 % třpytivých skvrn, a nejvýhodněji méně než 1 % třpytivých skvrn.

Pro účely předloženého vynálezu může být textura také smíšená textura, například (111):(100) smíšená textura, která je s výhodou stejnoměrná po povrchu a nebo v tloušťce desky nebo terče. Různá použití včetně vytváření tenkých filmů, kondenzátorových těles, kondenzátorů a podobně, jak je popsáno v patentu US 6348113, jsou zde možná a aby nebyla zbytečně opakována, tato použití a podobně se zde začleňují. Také použití, velikosti zrna, textura a čistota, které jsou popsány v patentu US 6348113, jsou zde možné pro kovy zde uvedené, a v úplnosti se zde začleňují.

10 Kovová deska podle předloženého vynálezu může mít celkovou změnu v pólové orientaci ( $\Omega$ ). Celková změna v pólové orientaci může být měřena v tloušťce desky podle patentu US 6462339. Způsob měření celkové změny v pólové orientaci může být stejný jako způsob kvantifikace texturní homogenity polykrystalického materiálu. Způsob může zahrnovat volbu referenční pólové orientace, skenování přírůstků v průřezu materiálu nebo jeho části, mající tloušťku, 15 mikroskopickým fotometrickým skenováním orientace pro získání aktuální pólové orientace množství zrn v přírůstcích v tloušťce, určením rozdílů orientace mezi referenční pólovou orientací a aktuální pólovou orientací množství zrn v materiálu nebo jeho části, přiřazením hodnoty rozdílu orientace proti referenční pólové orientaci v každém zrnu měřeném v tloušťce, a určením průměrného rozdílu orientace každého měřeného přírůstku v tloušťce; a získání 20 texturních proužků stanovením druhé derivace rozdílu orientace každého měřeného přírůstku v tloušťce. Za použití výše popsané metody, celková změna v pólové orientaci kovové desky podle předloženého vynálezu měřená v tloušťce desky podle předloženého vynálezu, podle patentu US 6462339 je méně než asi 25/mm, výhodněji méně než asi 10/mm, a nejvýhodněji méně než asi 5/mm, například od 1/mm do 49/mm nebo od 1/mm do 25/mm nebo od 1/mm do 10/mm.

25 Kovová deska podle předloženého vynálezu může mít skalární strmost změny textury ( $\Lambda$ ) měřenou v tloušťce desky podle patentu US 6462339. Způsob může zahrnovat volbu referenční pólové orientace, skenování v přírůstcích v průřezu materiálu nebo jeho části, která má tloušťku, mikroskopickým fotometrickým skenováním orientace pro získání aktuální pólové orientace množství zrn v přírůstcích v tloušťce, určením rozdílů orientace mezi referenční pólovou orientací a aktuální pólovou orientací množství zrn v materiálu nebo jeho části, přiřazením 30 hodnoty rozdílu orientace proti referenční pólové orientaci v každém zrnu měřeném v uvedené tloušťce, a určením průměrného rozdílu orientace každého měřeného přírůstku v tloušťce; a získání texturních proužků stanovením druhé derivace rozdílu orientace každého měřeného přírůstku v tloušťce. Skalární strmost změny textury kovové desky podle předloženého vynálezu, měřená v tloušťce desky, může být méně než asi 5/mm. S výhodou, skalární strmost změny textury měřená v tloušťce desky podle patentu US 6462339 je méně než asi 4/mm, výhodněji méně než asi 2/mm, a nejvýhodněji méně než asi 1/mm, například od 0,1 /mm do 4,9/mm, nebo od 0,5/mm do 3,9/mm, nebo od 0,5/mm do 1,9/mm.

40 Podle alespoň jednoho provedení vynálezu, kovová deska nebo kovový výrobek podle předloženého vynálezu může mít velmi nízký gradient textury. Například, gradient textury může být měřen s ohledem na heterogenitu a proužkování kovové desky vypočítané za použití metody uvedené v "Scalar Measures of Texture Heterogeneity" zveřejněné v publikaci Proceedings of 45 ICOTOM 14 (2005), S.I.Wright a D.F.Field. Tato metoda je dále diskutována v Materials Science Fórum, sv. 495–497, září 2005, str. 207–212. Gradient textury je založen na metodách popsaných v těchto publikacích za použití automatizované EBSD nebo fotometrickou orientační mikroskopií (OIM, orientation imaging microscopy). Pro účely předloženého vynálezu, podle alespoň jednoho provedení má faktor (H) stejnoměrnosti hodnotu 0,3 nebo méně, nebo 0,2 nebo 50 méně, například od 0,05 do 0,2, nebo od 0,12 do 0,175, nebo od asi 0,13 do asi 0,16. Podle alespoň jednoho provedení, kovová deska nebo kovový výrobek podle předloženého vynálezu může mít faktor (B) proužkování 0,1 nebo méně, například od asi 0,01 do asi 0,075, nebo od asi 0,02 do asi 0,05, nebo od asi 0,03 do asi 0,04.

Podle jednoho provedení předloženého vynálezu, faktor (H) stejnoměrnosti se může měnit o ne více než 0,2 v celé kovové desce nebo kovovém výrobku, například ne více než 0,1, nebo ne více než 0,05, nebo ne více než 0,01, nebo ne více než 0,005, nebo ne více než 0,001. Faktor (H) stejnoměrnosti se může měnit od 0,001 do 0,05 nebo se může měnit od 0,01 do 0,15, nebo se může měnit od 0,01 do 0,2 v celé kovové desce nebo výrobku. Podle jednoho nebo více provedení předloženého vynálezu, faktor (B) proužkování se může měnit o ne více než 0,05, například ne více než 0,04, nebo ne více než 0,03, nebo ne více než 0,02, nebo ne více než 0,01. Faktor (B) proužkování se může měnit od 0,005 do 0,05, nebo se může měnit od 0,01 do 0,04, nebo se může měnit od 0,01 do 0,03, nebo se může měnit od ne více než 0,01 do 0,025 v celé kovové desce nebo kovovém výrobku. V jednom nebo více provedeních předloženého vynálezu, stupeň náhodnosti či násobek náhodnosti textury v celé kovové desce nebo kovovém výrobku se může měnit o ne více než 5 stupňů či násobků, například o ne více než 4 stupně či násobky, nebo o ne více než 2 stupně či násobky, nebo o 1 stupeň či násobky náhodnosti. Stupeň či násobek náhodnosti se může měnit od 1 stupně či násobku náhodnosti do 5 stupňů či násobků, nebo od 1 stupně či násobku náhodnosti do 4 stupňů či násobků, nebo od 1 stupně či násobku náhodnosti do 3 stupňů či násobků nebo od 1 stupně či násobků náhodnosti do 2 stupňů či násobků v celé kovové desce nebo kovovém výrobku. "Stupeň či násobek náhodnosti" znamená číselný počet výskytů konkrétní textury (např. (111) nebo (100) nebo smíšené textury) v určeném množství větším než náhodném. Při měření této kontrolované stejnoměrnosti kovové desky nebo kovového výrobku může být odebráno 10 vzorků napříč kovové desky nebo kovového výrobku, jak je znázorněno na obr. 12 pro stanovení, pro každý vzorek, (H), (B), stupně náhodnosti, mapy orientace krystalů a/nebo velikosti zrna. Na obr. 12 je jako jeden z deseti vzorků použit jen jeden ze vzorků S1 a S2. Ačkoliv obr. 12 znázorňuje jen diskový tvar, stejným způsobem mohou být volena obdobná umístění pro jiné kovové výrobky. Těchto 10 vzorků odráží znalost kovového výrobku nebo kovové desky s ohledem na celou tloušťku pro každý z 10 vzorků a dále představuje úplnou znalost napříč roviny kolmé k tloušťce. Tento test tak poskytuje velmi úplnou znalost kovu v každé rovině (x, y, z) kovové desky nebo výrobku.

Podle jednoho nebo více provedení předloženého vynálezu, kovová deska nebo kovový výrobek podle předloženého vynálezu může mít primární texturu, která je alespoň o 7 stupňů či sedmkrát větší než náhodná, například od 7 do 25 (nebo více) stupňů či násobků náhodné, nebo od 8 do 20 (nebo více) stupňů či násobků náhodné, nebo od 10 do 15 (nebo více) stupňů či násobků náhodné, v celé kovové desce nebo kovovém výrobku, s výhodou za použití 10 vzorkovacích míst na obr. 12.

Kovová deska nebo kovový výrobek podle předloženého vynálezu může mít faktor stejnoměrnosti ve spojení s faktorem proužkování nebo jedním z výše uvedených faktorů. Faktor stejnoměrnosti a/nebo faktor proužkování může být přítomen nezávisle nebo spolu s čistotou, texturou, a/nebo velikostí zrna zde uvedenou. Kov tedy může mít jednu nebo více těchto charakteristik. Faktory (H) a (B) se mohou týkat jakékoliv textury nebo primární textury, například (111), (100) nebo smíšené struktury, například (111:100). S výhodou je, s ohledem na všechny výše uvedené charakteristiky kovu (např., velikost zrna, textura, (H), (B), a/nebo čistota), výhodným kovem tantal, niob nebo jejich slitiny.

Předložený vynález bude dále objasněn za pomoci následujících příkladů, které jsou určeny výlučně jako příklady provedení vynálezu. Skutečné přetváření v % uvedené v tabulkách může být převedeno na jednotky použité výše v této přihlášce dělením 100.

#### Příklady

Tantalové ingoty byly přetvářeny na bramy za použití kroků kování tlakem pro získání jmenovitých výchozích rozměrů  $W_s = 5\frac{1}{2} L_s =$  jako v tabulce 1, a  $T_s = 5,25"$ . Bramy byly nařezány na množství bram (až 6) o délce 27 palců. Nařezané bramy pak byly obráběním začištěny. Bramy pak byly žíhány při teplotě 1050 °C po dobu 3 hodin ve vakuové peci. Tabulka 1 také obsahuje požadovanou finální velikost produktu po nařezání z dohotovené desky.

Brama pak byla podrobena prvnímu válcování (příčné válcování) ve směru W na obr. 3 nebo A na obr. 1a. Režim válcování pro první válcování různých bram je uveden v tabulce 2. Po prvním válcování, válcovaná brama byla nařezána (rozdělena) nařezáním v polovině šířky. Také, přední okraj a zadní okraj byly po projití válcováním rozměrově upraveny. Nařezaná brama pak byla žihána pro některé z uvedených vzorků. „Polotovarová deska“ představuje desku za prvním válcovacím průchodem a před druhým válcováním. Po prvním válcování měla polotovarová deska z každé bramy následující rozměry:  $L_i = L_s \pm 5$  až 10 %,  $W_i =$  viz tabulka 3, a  $T_i =$  viz tabulka 3. Poté byla polotovarová deska podrobena druhému válcování, které probíhalo napříč ke směru prvního válcování. Druhé válcování probíhalo ve směru příčném ke směru prvního válcování. Směr druhého válcování byl ve směru L na obr. 3 nebo B na obr. 1b.

Režim druhého válcování spolu s dalšími informacemi je uveden v tabulce 4 (30 vzorků desky). Po druhém válcování byl přední okraj válcované bramy rozměrově upraven. Poté byla polotovarová deska, která byla rozměrově upravena, válcována rovněž pro získání stejnoměrnější plochosti. Všechny rozměry jsou uvedeny v palcích. Aktuální válcovací rozšíření válcovací stolice je odhadnuto z měření nebo je "dáno" válcovací stolicí v průběhu válcování. Vysouvací síla je velikost síly vyvozované v průběhu každého válcovacího průchodu a je udána v procentech z 2500 tun. Každá "Výchozí tloušťka" reprezentuje průchod skrze válce válcovací stolice. Po druhém válcování, dohotovená tantalová deska byla opět žihána při teplotě 1050 °C po dobu dvou hodin ve vakuové peci. Aktuální tloušťka po průchodu a aktuální rozšíření válcovací stolice jsou výsledky provádění válcovacích kroků. Redukce tloušťky je charakteristická pro válcovací krok, kterým byl krok válcování za studena.

Tabulka 1 – délka nařezané bramy

Velikost dohotoveného disku	Délka bramy ( $L_s$ )
0,250" × 12,7"	28"
0,250" × 17,7"	30"
0,300" × 12,7"	27"
0,300" × 17,7"	27"

25

Tabulka 2 – režim příčného válcování

Průchod	Nastavení stolice	Průchod	Nastavení stolice	Průchod	Nastavení stolice	Průchod	Nastavení stolice	Průchod	Nastavení stolice
1	5,5	11	4,5	21	3,5	31	2,5	41	1,35
2	5,4	12	4,4	22	3,4	32	2,4	42	1,23
3	5,3	13	4,3	23	3,3	33	2,3	43	1,1
4	5,2	14	4,2	24	3,2	34	2,2	44	0,97
5	5,1	15	4,1	25	3,1	35	2,1	45	0,84
6	5,0	16	4,0	26	3,0	36	2,0	46	jak je třeba
7	4,9	17	3,9	27	2,9	37	1,9		
8	4,8	18	3,8	28	2,8	38	1,8		
9	4,7	19	3,7	29	2,7	39	1,65		
10	4,6	20	3,6	30	2,6	40	1,51		

30

Tabulka 3 – výstup příčného válcování

Parametr	0,250" (T <sub>i</sub> )×12,7"	0,250" (T <sub>i</sub> )×17,7"	0,300" (T <sub>i</sub> )×12,7"	0,300" (T <sub>i</sub> )×17,7"
Čílová tloušťka po příčných průchodech (T <sub>i</sub> )	0,720	0,568	0,722"	0,569"
Šířka materiálu (širší strana) (W <sub>i</sub> )	27,5"	37,5"	27,5"	37,5"
Počet napezaných desek na délku válce	2	2	2	2
L <sub>i</sub>	79"	67"	68"	48"
Délka nastříhané desky	13,75"	18,75"	13,7"	18,7"
L <sub>i</sub> = L <sub>e</sub> ± 10 % všechny				
W <sub>i</sub> = W <sub>e</sub> ± 5-10 % všechny				
Počet disků získaných z dohotovené desky	5	3	4	2

5

Tabulka 4

Jednotlivá šířka – 0,300 x 17,7, nízká ε 275631D2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,521	-13,00 %	0,457	0,064	0,392	0,088	0,48	0,08	0,041
2	0,457	-13,00 %	0,402	0,056	0,337	0,080	0,417	0,14	0,063
3	0,402	-13,00 %	0,353	0,049	0,288	0,074	0,382	0,14	0,055
4	0,353	-13,00 %	0,310	0,043	0,244	0,073	0,317	0,13	0,045

10

Jednotlivá šířka – 0,300 x 12,7, vysoká ε 275631C2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,708	-27,00 %	0,540	0,168	0,404	0,114	0,519	0,31	0,190
2	0,540	-27,00 %	0,413	0,126	0,300	0,109	0,409	0,24	0,109
3	0,413	-27,00 %	0,315	0,098	0,219	0,109	0,328	0,22	0,081

## Jednotlivá šířka – 0,300 x 12,7, vysoká ε 275631A2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,722	-14,00 %	0,628	0,094	0,545	0,085	0,53	0,14	0,092
2	0,628	-14,00 %	0,546	0,082	0,467	0,083	0,55	0,14	0,080
3	0,546	-14,00 %	0,474	0,071	0,399	0,078	0,477	0,14	0,073
4	0,474	-14,00 %	0,412	0,062	0,338	0,072	0,41	0,15	0,067
5	0,412	-14,00 %	0,359	0,054	0,285	0,065	0,35	0,16	0,060
6	0,359	-14,00 %	0,312	0,047	0,238	0,063	0,301	0,15	0,049

## 5 Jednotlivá šířka – 0,250 x 12, vysoká ε 275631F2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,735	-26,00 %	0,567	0,168	0,430	0,112	0,542	0,30	0,193
2	0,567	-26,00 %	0,437	0,130	0,324	0,106	0,43	0,23	0,112
3	0,437	-26,00 %	0,337	0,100	0,240	0,107	0,347	0,21	0,083
4	0,337	-26,00 %	0,260	0,077	0,175	0,095	0,27	0,25	0,077

## Jednotlivá šířka – 0,250 x 12, nízká ε 275631B2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,715	-15,00 %	0,615	0,100	0,529				
2	0,615	-15,00 %	0,530	0,086	0,449				
3	0,530	-15,00 %	0,456	0,074	0,378	0,064	0,442		
4	0,456	-15,00 %	0,392	0,064	0,317	0,072	0,389	0,13	0,053
5	0,392	-14,00 %	0,341	0,051	0,270	0,075	0,345	0,12	0,044
6	0,341	-14,00 %	0,297	0,045	0,225	0,065	0,291	0,17	0,054
7	0,297	-14,00 %	0,258	0,039	0,185	0,070	0,255	0,13	0,036

10

## Jednotlivá šířka – 0,300 x 17,7, vysoká ε 275631G2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,623	-25,00 %	0,407	0,116	0,304	0,126	0,43	0,20	0,093
2	0,407	-25,00 %	0,343	0,064	0,272	0,049	0,321	0,29	0,109

15

## Jednotlivá šířka – 0,250 x 17,75, nízká ε 279508–A1

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,490	-13,00 %	0,430	0,060	0,330	0,089	0,429	0,13	0,061
2	0,430	-13,00 %	0,378	0,052	0,281	0,094	0,375	0,13	0,054
3	0,378	-13,00 %	0,332	0,046	0,237	0,091	0,329	0,13	0,047
4	0,332	-14,00 %	0,295	0,037	0,200	0,086	0,286	0,14	0,042
5	0,295	-14,00 %	0,258	0,037	0,166	0,073	0,259	0,10	0,026

## 5 Jednotlivá šířka – 0,250 x 17,75, nízká ε 279739–B2

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,486	-13,00 %	0,427	0,059			0,457	0,06	0,029
2	0,457	-13,00 %	0,408	0,049	0,315	0,093	0,408	0,11	0,049
3	0,408	-13,00 %	0,358	0,050	0,275	0,100	0,375	0,08	0,033
4	0,375	-14,00 %	0,326	0,049	0,245	0,090	0,335	0,11	0,040
5	0,335	-14,00 %	0,291	0,044	0,160	0,117	0,277	0,19	0,056

## Jednotlivá šířka – 0,300 x 12,7, vysoká ε 275631C1 Žíhaná int. deska

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,829	-25,00 %	0,646	0,183	0,516	0,070	0,568	0,34	0,241
2	0,646	-25,00 %	0,503	0,143	0,399	0,072	0,471	0,22	0,117
3	0,503	-25,00 %	0,392	0,111	0,316	0,072	0,388	0,19	0,083
4	0,392	-25,00 %	0,305	0,087	0,232	0,079	0,311	0,22	0,077

10

## Jednotlivá šířka – 0,300 x 12,7, nízká ε 275631A1 Žíhaná int. deska

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,722	-14,00 %	0,628	0,094	0,570	0,052	0,622	0,15	0,100
2	0,628	-14,00 %	0,546	0,082	0,492	0,048	0,54	0,14	0,082
3	0,546	-14,00 %	0,474	0,071	0,419	0,052	0,471	0,14	0,069
4	0,474	-14,00 %	0,412	0,062	0,358	0,048	0,408	0,15	0,065
5	0,412	-14,00 %	0,359	0,054	0,305	0,050	0,355	0,13	0,051
6	0,359	-14,00 %	0,312	0,047	0,258	0,050	0,308	0,14	0,047

15

## Jednotlivá šířka – 0,250 x 12, vysoká ε 275631F1 Žíhaná int. deska

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,735	-26,00 %	0,567	0,168	0,450	0,108	0,558	0,26	0,177
2	0,567	-26,00 %	0,437	0,130	0,344	0,086	0,43	0,26	0,126
3	0,437	-26,00 %	0,337	0,100	0,260	0,094	0,344	0,22	0,086
4	0,337	-26,00 %	0,280	0,077	0,186	0,096	0,271	0,24	0,073

## 5 Jednotlivá šířka – 0,250 x 12, nízká ε 275631B1 Žíhaná int. deska

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,715	-15,00 %	0,615	0,100	0,560	0,056	0,615	0,15	0,100
2	0,615	-15,00 %	0,530	0,086	0,479	0,051	0,53	0,15	0,085
3	0,530	-15,00 %	0,456	0,074	0,399	0,053	0,452	0,16	0,078
4	0,456	-15,00 %	0,392	0,064	0,338	0,052	0,39	0,15	0,062
5	0,392	-14,00 %	0,341	0,051	0,290	0,050	0,34	0,14	0,050
6	0,341	-14,00 %	0,297	0,045	0,245	0,050	0,295	0,14	0,045
7	0,297	-14,00 %	0,258	0,039	0,206	0,052	0,258	0,13	0,037

## Jednotlivá šířka – 0,300 x 17,7, vysoká ε 275631G1 Žíhaná int. deska

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,506	-25,00 %	0,383	0,112	0,293	0,100	0,393	0,25	0,112
2	0,393	-25,00 %	0,306	0,087	0,219	0,095	0,314	0,22	0,079

10

## Jednotlivá šířka – 0,300 x 17,7, nízká ε 275631D1 Žíhaná int. deska

Průchod	Výchozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Vypoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,521	-13,00 %	0,457	0,064	0,422	0,057	0,479	0,08	0,042
2	0,457	-13,00 %	0,402	0,056	0,352	0,071	0,423	0,12	0,056
3	0,402	-13,00 %	0,353	0,049	0,298	0,072	0,37	0,13	0,053
4	0,353	-13,00 %	0,310	0,043	0,244	0,072	0,316	0,16	0,054

15



Jednotlivá šířka – 0,300 x 17,7, nízká  $\varepsilon$  275631D1 Kruhové válcování, žíhaná int. deska

Průchod	Vychozí rozměr	Skuteč. přetváření	Očekávaný finální rozměr	Redukce	Výpoč. válc. mezera	Aktuální rozšíření stolice	Tloušťka naměřená po průchodu	Aktuální skuteč. přetváření	Materiál. redukce
1	0,521	-13,00 %	0,457	0,064	0,392	0,060	0,452	0,14	0,069
2	0,457	-13,00 %	0,402	0,056	0,337	0,047	0,384	0,16	0,066
3	0,402	-13,00 %	0,353	0,049	0,288	0,039	0,327	0,16	0,057

5 Tantalové deska tvářená podle v jedno z výše uvedených příkladů, totiž vzorek 275631 D2 v tabulce 4, pak byla podrobena analýze elektronového zpětného rozptylu pro získání prostorově specifických měření krystalografické orientace a pro měření texturních heterogenit tantalové desky vyrobené podle předloženého vynálezu.

10 Obr. 4 – 10 znázorňují data získaná pro tuto tantalovou desku.

Konkrétně, obr. 4 znázorňuje orientační barevně kódovanou mapu a inverzní souřadnicový diagram pro tantalovou desku podle tabulky 4. Skenování bylo prováděno po 10 mikrometrech, a barevně kódovaná mapa byla sestavena pro zobrazení přes tloušťku tantalové desky. Jak je zřejmé, (111) orientace je znázorněna modrou, zatímco (001) nebo (100) je znázorněna červenou, a (101) je znázorněna zelenavou barvou. Ze zobrazení barevně kódované mapy je zřejmé, že primární textura napříč tloušťky tantalové desky je (111) textura, a tato (111) textura je dominantní texturou, a je velmi stejnoměrná v tloušťce desky. Jsou přítomny známky (100) textur, které jsou vzhledem k celkové textuře minoritní.

20 Obr. 5 znázorňuje mapu orientace krystalů s tolerancí 5 stupňů za účelem zjištění různých textur. Jak je zřejmé s tolerancí 5 stupňů, primární textura s tolerancí 5 stupňů je (111) textura s velmi malým podílem (100).

25 Pokud jde o mapu orientace krystalů s tolerancí 10 stupňů, totiž obr. 6, a mapu orientace krystalů, s tolerancí 15 stupňů, totiž obr. 7, také zde je zřejmé, že primární textura je zřetelně (111) s velmi menšími podíly (100) a v podstatě bez (101).

30 Obr. 8 a 9 představují souřadnicové diagramy a inverzní souřadnicové diagramy pro tantalovou desku podle tabulky 4 (vzorek 275631 D2). Jak je zřejmé z těchto diagramů, je zde vysoký stupeň (111) textury a daleko menší podíl (100) a mimořádně malý podíl (101).

35 Obr. 10 znázorňuje histogram, který ukazuje, že průměrná velikost zrna je asi 50 mikrometrů se standardní odchylkou 26 mikrometrů. Opět, všechna tato data se týkají tantalové desky podle tabulky 4. Dále, pro tantalovou desku v tabulce 4 byla měřena heterogenita za použití faktoru stejnoměrnosti (H) a faktoru proužkování (B), jak je popsáno v "Scalar Measures of Textuře Heterogeneity", Wright a jiní, jak je diskutováno výše, a jak je dále popsáno v publikaci Proceedings of ICOTOM 14 (2005). Na základě této zkušební metody a standardu, tantalová deska podle z tabulky 4 měla faktor (H) stejnoměrnosti 0,16 a faktor (B) proužkování 0,04. Gradient textury je metrický popis jak homogenně/heterogenně je lokální textura distribuována v pozorované oblasti. Zobrazuje se metrika, poskytující představu, zda textura sestává ze střídajících se linek. Změny textury se liší vertikálně nebo horizontálně. Může být zkoumána vždy jen jedna fáze.

45 Matematické základy těchto výpočtů jsou popsány v příspěvku S.I. Wright a D.P.Field (2005) "Scalar Measures of Textuře Heterogeneity" zveřejněné v publikaci Proceedings of ICOTOM 14 a předneseném v Leuvenu, Belgie, červenec 2005. H je míra popisující heterogenitu a je v rozmezí od 0 pro perfektně homogenní distribuci textury do 1 pro heterogenní strukturu.

Obdobně, *B* popisuje proužkování, hodnota 0 znamená nepřítomnost proužkování a hodnota 0,5 by popisovala extrémně proužkovaný případ, jak je znázorněno pro idealizované mikrostruktury. V souladu s tím, tantalová deska podle předloženého vynálezu měla vynikající nízké proužkování a vynikající stejnoměrnost textury v celé šířce kovové desky, jakož i vysoce akceptovatelnou velikost zrna.

V jedné z kovových desek vyrobených podle předloženého vynálezu, za použití míst odběru vzorků znázorněných na obr. 12, bylo analyzováno deset vzorků s ohledem na faktor (H) stejnoměrnosti, faktor (B) proužkování a stupeň či násobek náhodnosti s ohledem na (111) texturu. Jak je zřejmé z těchto deseti vzorků odebraných z téže kovové desky, stejnoměrnost s ohledem na texturu, i stejnoměrnost s ohledem na nepřítomnost proužkování, byla pozoruhodná. Faktor (H) stejnoměrnosti byl 0,3 nebo nižší, v mnoha případech byl  $0,2 \pm 0,05$ , faktor (B) proužkování byl stejnoměrně nízký a byl 0,05 nebo nižší, častokrát  $0,03 \pm 0,02$ . Dále stupeň či násobek náhodnosti s ohledem na texturu byl zcela stejnoměrný, 7,3 nebo vyšší, a nepřesahoval 8,9. Stupeň či násobek náhodnosti byl tedy ve velmi úzkých mezích a vykazoval tak rovněž stejnoměrnost.

CSB souhrn  
ESBD data

Vzorek č.	Stupeň náhodnosti	H	B
1	7,5	0,19	0,05
2	7,7	0,17	0,03
3	8,2	0,22	0,05
4	7,7	0,20	0,03
5	8,8	0,30	0,01
6	8,8	0,21	0,03
7	8,2	0,24	0,02
8	7,3	0,21	0,03
9	8,9	0,22	0,03
10	7,9	0,26	0,03

Přihlašovatel výslovně zahrnuje celý obsah všech citovaných odkazů do tohoto popisu. Dále, všude kde je množství, koncentrace nebo jiné hodnoty nebo parametr uveden jako rozmezí, výhodné rozmezí nebo seznam preferovaných hodnot a méně preferovaných hodnot, znamená to, že jsou specificky popsána všechna rozmezí tvořená libovolnou dvojicí kterékoliv horní meze nebo preferované hodnoty a kterékoliv dolní meze nebo preferované hodnoty, bez ohledu na tato rozmezí zvlášť popsána. Všude, kde je uvedeno rozmezí číselných hodnot, toto rozmezí zahrnuje i mezní hodnoty a všechny celočíselné hodnoty i zlomky uvnitř tohoto rozmezí, není-li uvedeno jinak. Rozsah vynálezu není omezen na konkrétní hodnoty uvedené jako definice rozmezí.

Patentové nároky popisují další provedení vynálezu. Další provedení předloženého vynálezu budou odborníkovi v oboru zřejmá z předloženého popisu a praktického provádění popsaného vynálezu. Předložený popis a příklady jsou určeny výlučně jako příkladné v rámci rozsahu a myšlenky vynálezu, jak je udáno následujícími nároky a jejich ekvivalenty.

## PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby kovového výrobku s konečnou tloušťkou, **vyznačující se tím**, že obsahuje následující kroky:

přetváření kovového ingotu pro vytvoření kvádrovitě bramy s délkou, šířkou a tloušťkou, přičemž první z těchto tří rozměrů je roven druhému z těchto tří rozměrů  $\pm 25\%$ ,

první válcování kvádrotité bramy pro vytvoření polotovarové desky, přičemž toto první válcování zahrnuje značný počet válcovacích průchodů, a

5 druhé válcování polotovarové desky pro vytvoření kovové desky, přičemž toto druhé válcování zahrnuje značný počet válcovacích průchodů, přičemž každý z těchto válcovacích průchodů druhého válcování poskytuje skutečné protažení pro tloušťku od 0,06 do 0,18 na jeden průchod.

2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že první rozměr je roven druhému rozměru  $\pm 15\%$ .

10 3. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že první rozměr je roven druhému rozměru  $\pm 10\%$ .

15 4. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že první rozměr je roven druhému rozměru  $\pm 1\%$ .

5. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že první a druhý rozměr jsou šířka a tloušťka.

20 6. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kovový ingot má průměr nejméně alespoň 24,13 cm (9½ palce).

7. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kovový ingot má průměr nejméně alespoň 27,94 cm (11 palců).

25 8. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kovový ingot má průměr od 25,4 cm (10 palců) do 50,8 cm (20 palců).

30 9. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kvádrotitá brama má tloušťku před prvním válcováním, která je nejméně 5krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

10. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kvádrotitá brama má tloušťku před prvním válcováním, která je nejméně 10krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

35 11. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kvádrotitá brama má tloušťku před prvním válcováním, která je nejméně 15krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

12. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kvádrotitá brama má tloušťku před prvním válcováním, která je nejméně 20krát silnější, než konečná tloušťka kovového výrobku.

40 13. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že celkové skutečné protažení, které je poskytnuto prostřednictvím všech válcovacích průchodů druhého válcování, je od 0,10 do 1,0.

45 14. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že celkové skutečné protažení, které je poskytnuto prostřednictvím všech válcovacích průchodů druhého válcování, je od 0,20 do 0,5.

15. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že první válcování obsahuje válcovací schéma, které je definováno prostřednictvím změn v nastaveních štěrbin válcovací stolice.

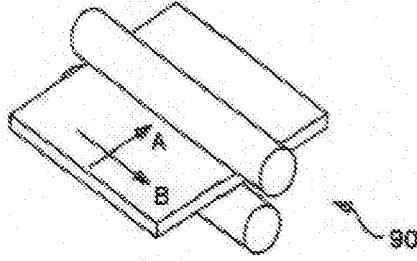
50 16. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že závěrečný válcovací průchod druhého válcování poskytuje skutečné protažení, které je stejné nebo větší, než skutečné protažení, které je poskytnuto prostřednictvím jakéhokoliv předcházejícího válcovacího průchodu.

55 17. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kovový ingot je niob, tantal nebo jejich slitina.

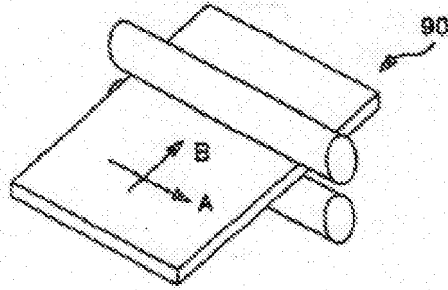
18. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kovový ingot je měď nebo titan nebo jejich slitina.
19. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje zušlechťování bramy před  
5 prvním válcováním.
20. Způsob podle nároku 19, **vyznačující se tím**, že zušlechťování je prováděno ve vakuu nebo v inertních podmínkách při teplotě od 700 °C až 1500 °C po dobu od 30 minut do 24 hodin.
21. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje tvoření kvádrotité bramy se  
10 dvěma protilehlými válcovanými povrchy, jejichž rovinnost leží uvnitř rozsahu 0,0508 cm (0,02 palce).
22. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že kvádrotitá brama má tloušťku od 7,62 cm  
15 (3 palců) do 20,32 cm (8 palců), šířku od 7,62 cm (3 palců) do 20,32 cm (8 palců), a délku od 25,4 cm (10 palců) do 121,92 cm (48 palců).
23. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že polotovarová deska má tloušťku od 1,016 cm  
(0,40 palce) do 3,81 cm (1,5 palce).
24. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že polotovarová deska má délku, která je o  
20 10 % nebo méně větší, než délka obdélníkové bramy.
25. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje zušlechťování polotovarové  
25 desky.
26. Způsob podle nároku 25, **vyznačující se tím**, že zušlechťování se provádí ve vakuu nebo v inertních podmínkách při teplotě od 700 °C do 1500 °C po dobu od 30 minut do 24 hodin.
27. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že nejméně jeden z válcových průchodů  
30 druhého válcování se provádí v transversálním směru vzhledem k nejméně jednomu válcovému průchodu prvního válcování.
28. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že válcovací průchody druhého válcování jsou  
35 multidirekcionální.
29. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že při formování kvádrotité bramy prodělává  
průřezová plocha kovového ingotu skutečné protažení nejméně 95 % vzhledem k průřezové ploše kvádrotité bramy.
- 40 30. Způsob podle nároku 29, **vyznačující se tím**, že skutečné protažení v průřezové ploše je nejméně 100 %.
31. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že skutečné protažení je od 0,06 do 0,15 na  
45 jeden průchod.
32. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že každý válcovací průchod při druhém  
válcování poskytuje skutečné protažení, které odpovídá skutečnému protažení předcházejícího válcového průchodu  $\pm 25$  %.
- 50 33. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že každý válcovací průchod při druhém válcování poskytuje skutečné protažení, které odpovídá skutečnému protažení předcházejícího válcového průchodu  $\pm 5$  %.
- 55

34. Kovová deska, vyrobená způsobem podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že má jako ventilová kovová deska průměrnou zrnitost 20  $\mu\text{m}$  nebo méně.

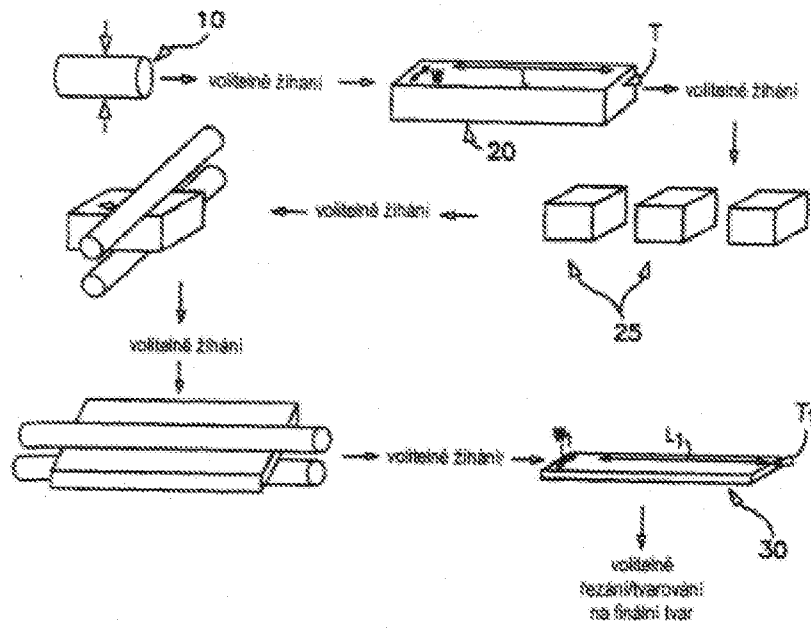
12 výkresů



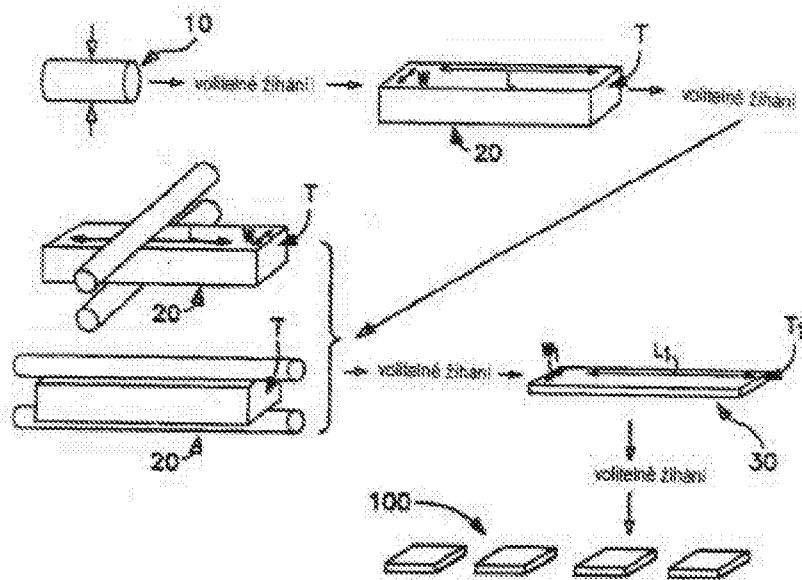
Obr. 1a



Obr. 1b

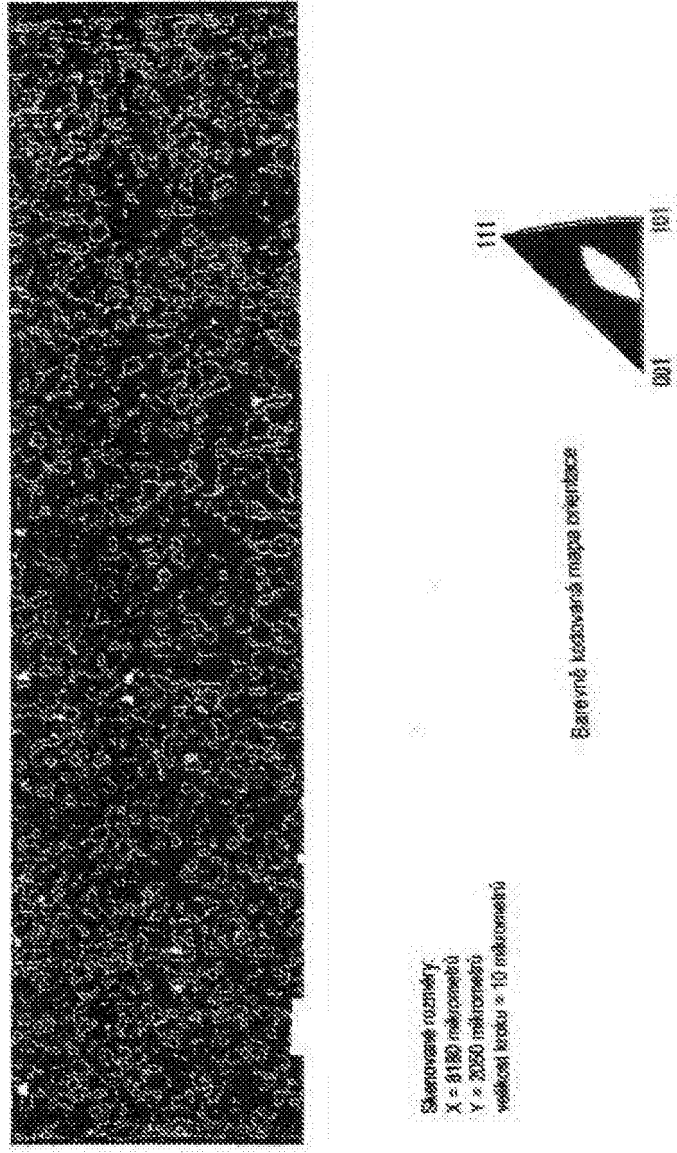


Obr. 2

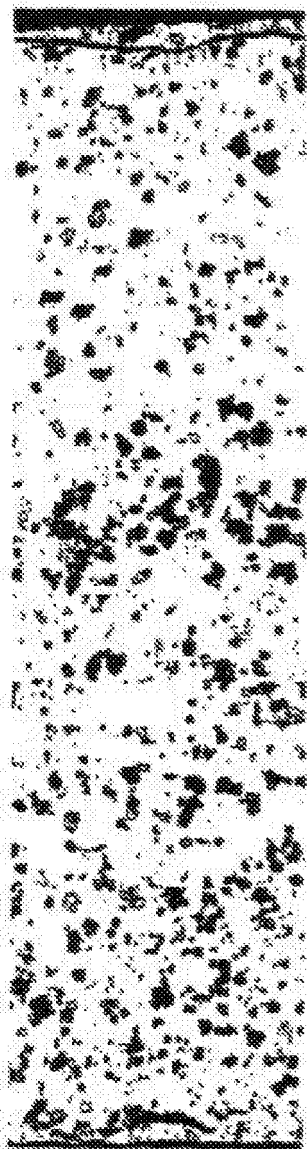


Obr. 3





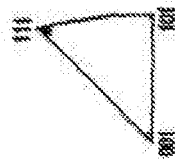
Obr. 4



Rozevnení kubitovaná mapa: orientace krystalů

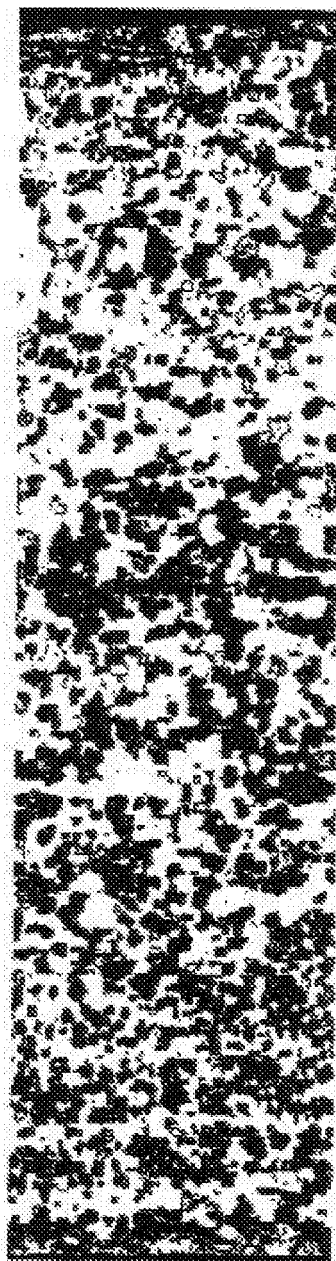
směr:	h22. mjd.	zřizový	pozici
$\langle 111 \rangle$	0°	0.187	0.172
$\langle 101 \rangle$	0°	0.100	0.100
$\langle 011 \rangle$	0°	0.133	0.133

Index  
[001]



Mapa orientace krystalů s tolerancí 5 stupňů

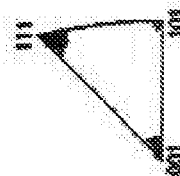
Obr. 5



Získané kódovaná mapa orientace krystalů

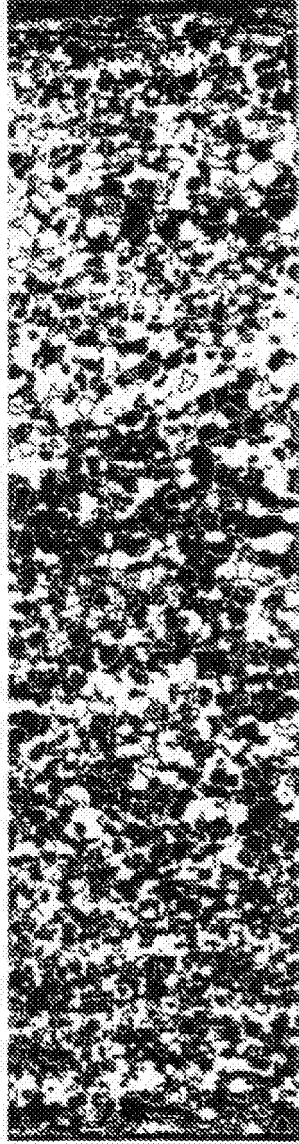
skupina	min. max. $\phi$	celkový podíl	podíl	rozložení
1	$\langle 111 \rangle$	$0^\circ$ - $10^\circ$	0.683	0.434
2	$\langle 101 \rangle$	$0^\circ$ - $10^\circ$	0.002	0.002
3	$\langle 001 \rangle$	$0^\circ$ - $10^\circ$	0.005	0.008

Tvořitel  
[001]



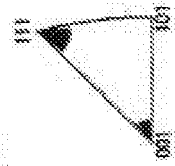
Mapa orientace krystalů a tolerance 10 stupňů

Obr. 6



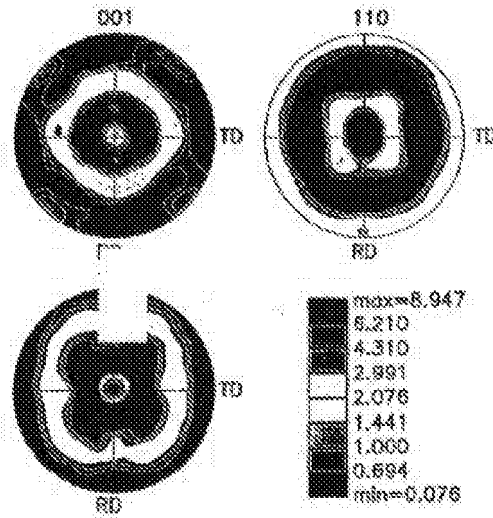
Průřezní mikrostruktura vzorku: orientace krystalů

rod	hkl	2θ	intenzita	rod	hkl	2θ	intenzita
111	111	19°	0,183	111	111	19°	0,183
101	101	19°	0,008	101	101	19°	0,008
001	001	19°	0,001	001	001	19°	0,001



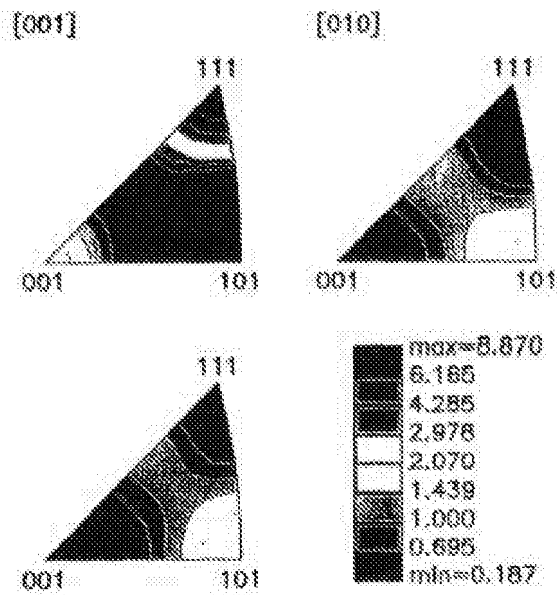
Mapa orientace krystalů s tolerancí 15 stupňů

Obr. 7



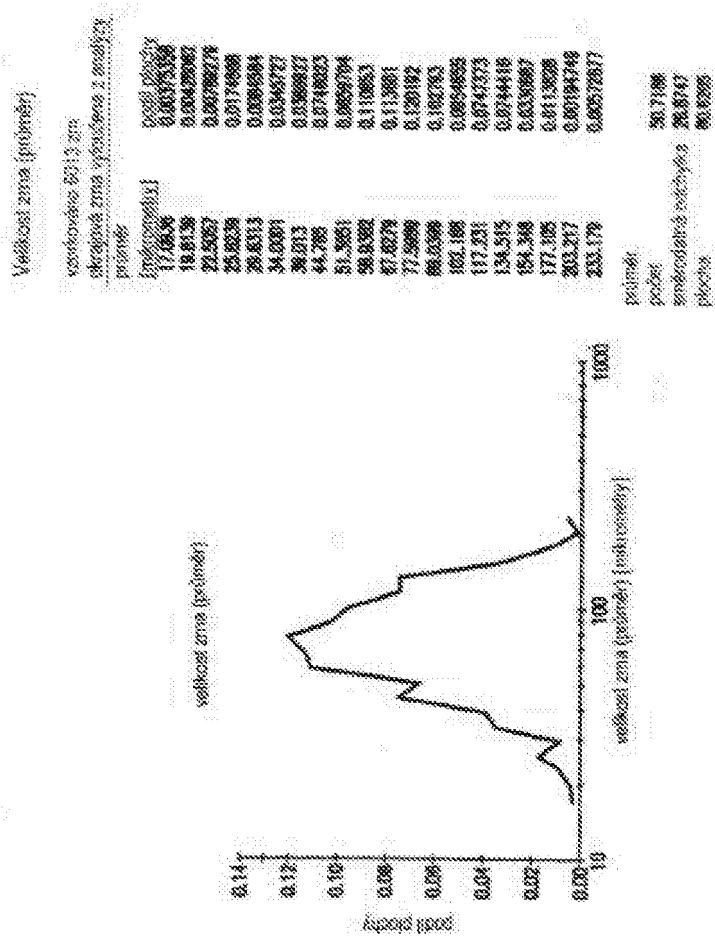
Souřadnicové diagramy

Obr. 8



Inverzní souřadnicové diagramy

Obr. 9

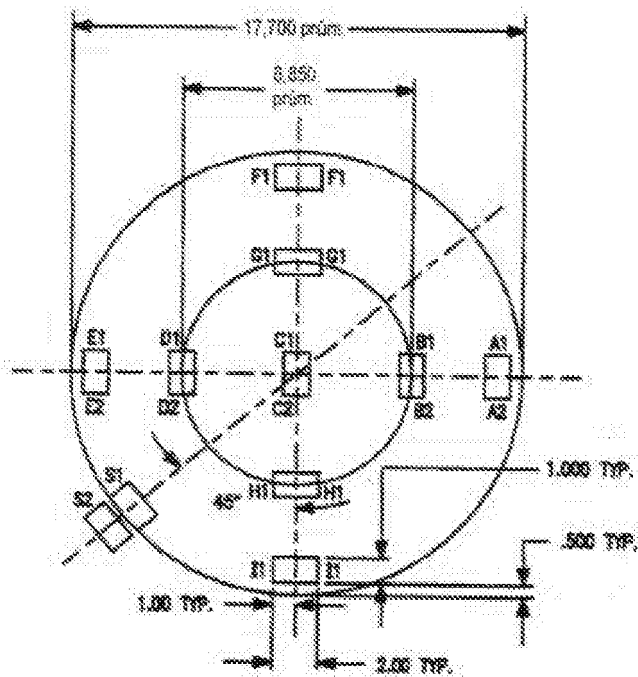


Obr. 10









Miesta pro testování kovového výrobku nebo desku

Obr. 12